



Observation expérimentale et prévision des paramètres de la déformation déterminants pour la genèse des textures cristallographiques lors de la recristallisation des tôles minces d'aciers à basse teneur en carbone

Aurélie Wauthier

► To cite this version:

Aurélie Wauthier. Observation expérimentale et prévision des paramètres de la déformation déterminants pour la genèse des textures cristallographiques lors de la recristallisation des tôles minces d'aciers à basse teneur en carbone. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Université Paris-Nord - Paris XIII, 2008. Français. NNT: . tel-00915754

HAL Id: tel-00915754

<https://theses.hal.science/tel-00915754>

Submitted on 9 Dec 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THESE

Présentée pour l'obtention du titre de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE PARIS XIII

Spécialité Mécanique Option Matériaux

Par

Aurélie WAUTHIER

Sujet de thèse

Observation expérimentale et prévision des paramètres de la déformation déterminants pour la genèse des textures cristallographiques lors de la recristallisation des tôles minces d'aciers à basse teneur en carbone

Soutenue le 21 mai 2008

MEMBRES DU JURY

Rapporteurs :	M. Leo Kestens M. René Le Gall
Directrices de thèse :	M ^{me} Brigitte Bacroix M ^{me} Hélène Réglé
Examineurs :	M. Thierry Baudin M. Claude Prioul M. Edgar Rauch

Thèse préparée au sein du

Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux

UPR CNRS 9001, Institut Galilée, Université Paris 13

REMERCIEMENTS

Ce travail de thèse a été réalisé dans le cadre d'une convention CIFRE entre le Laboratoire des Propriétés Mécaniques et Thermodynamiques des Matériaux (LPMTM-CNRS, Université Paris 13) dirigé par Patrick Franciosi, et le centre auto d'ArcelorMittal Research de Maizières-Lès-Metz (anciennement Arcelor Research ou IRSID) sous la direction de Michel Babbitt. J'ai bénéficié des équipements des deux laboratoires et le partage de mon temps dans deux milieux de recherche très différents m'a beaucoup appris.

Je voudrais témoigner toute ma gratitude aux membres du jury qui ont consacré de leur temps à cette thèse et plus particulièrement à René Le Gall et Leo Kestens pour avoir accepté d'être les rapporteurs de ce travail ainsi qu'à Edgar Rauch pour avoir présidé ce jury.

Je tiens ensuite à remercier Brigitte Bacroix et Hélène Réglé pour avoir dirigé cette thèse, pour leur confiance et conseils. Je les remercie également de m'avoir laissé une grande autonomie pour réaliser cette thèse. L'encadrement de stagiaires a été pour moi une expérience très enrichissante, tout comme les nombreuses conférences auxquelles j'ai pu participer ainsi que les expériences réalisées dans d'autres laboratoires.

Je voudrais également remercier Rénald Brenner sans qui je n'aurais pu réaliser quelques simulations, merci surtout pour tous ses commentaires dans ses programmes fortran, tellement bien présentés.

Mes remerciements aussi à Fabienne Grégori, tant pour son aide devant le microscope électronique en transmission que pour nos discussions animées autour d'un petit café.

Je pense à l'ensemble des chercheurs, ingénieurs et techniciens qui ont contribué à ce travail au LPMTM, notamment Olivier Castelnau et Thierry Chauveau pour les longues heures de discussion et de dépouillement des données synchrotron. Sans oublier Monique Morel pour sa formation à l'EBSA et Jean-Pierre Fondère pour ses précieux conseils de polissage et son aide au laminage.

Une attention particulière pour les personnes qui m'ont accompagnée lors des séjours aux synchrotrons, toujours en hiver, pour travailler souvent de nuit dans des environnements déserts... Alors encore un grand merci à Olivier, Thierry, Hélène, Brigitte, Rénald et Fabienne mais aussi Jean-Louis Uriarte et Damien Faurie.

Du côté de Maizières-lès-Metz je tiens à remercier tous mes collègues du bâtiment Delta et plus particulièrement Laurent Chapuis, qui a joué son rôle de parrain lorsque je suis arrivée ainsi que Gwenola Herman qui m'a fait découvrir le laminage asymétrique.

Ma profonde reconnaissance pour les ingénieurs ou chercheurs d'autres laboratoires pour leur précieuse aide lors d'investigations expérimentales délicates. Merci à Dave Prior, Edgar Rauch,

Dominique Loisnard et François Brisset pour m'avoir permis de réaliser des expériences in-situ, et des indexations automatiques en microscopie électronique en transmission.

Je remercie également Jean-Hubert Schmitt, Anne-Laure Etter et Thierry Baudin pour leurs précieuses discussions scientifiques.

Je n'oublie pas mes collègues de bureau, Anis et Caroline. Aux autres doctorants du LPMTM mais aussi ceux de l'institut Galilée avec qui j'ai partagé quelques réunions informelles lors de l'Association des doctorants et de nombreuses soirées parisiennes.

Un petit mot pour le secrétariat, Nathalie et Virginie pour la préparation des missions souvent très mouvementées...

A tous les non permanents qui ont quitté ce laboratoire, Christelle, Soizik et Frédéric pour les pauses café si sympathiques et les trajets partagés.

Enfin je remercie tous mes amis qui ont participé à la réussite de ce projet.

RESUME

L'objectif de cette thèse est de comprendre et modéliser, sur des bases physiques, les phénomènes métallurgiques et mécaniques induisant des changements de textures cristallographiques. Des caractérisations microscopiques et texturales sont menées sur un acier sans interstitiel (IF pour Interstitial Free) au cours de son procédé d'élaboration : à l'état de tôle à chaud, puis de tôle à froid et enfin après recristallisation.

Parallèlement à cette analyse expérimentale, un couplage de modèles de prévision des textures de déformation et de recristallisation est mené. Cela concerne principalement la prévision des paramètres de la déformation déterminants pour la genèse des textures de recristallisation.

La caractérisation des hétérogénéités de déformation tout comme la modélisation a été réalisée à différentes échelles. Les paramètres extraits de la caractérisation expérimentale, notamment grâce aux analyses EBSD (au MEB et au MET), ont permis d'estimer la fragmentation qui a lieu pour certaines orientations cristallographiques. Ces résultats s'accordent avec l'estimation de l'énergie stockée par DRX avec, en moyenne deux fois plus d'énergie dans les grains de la fibre γ après de fortes réductions mais peu de différences avant. Une hiérarchie de la fragmentation F est proposée telle que $F_{\{100\}<110\}} < F_{\{112\}<110\}} < F_{\{111\}<110\}} < F_{\{111\}<112\}} < F_{\{554\}<225\}}$.

Des comparaisons expérience-modèles ont complété ces analyses. La fragmentation de la fibre γ s'explique par un nombre de murs créés au cours de la déformation plus important que pour α . D'autre part les axes de désorientations de ces deux fibres sont différents, une rotation autour d'un axe DL pour la fibre α , et DN pour la fibre γ .

Mots clés : sous-structures de déformation, fragmentation, recristallisation, texture

TABLE DES MATIERES

Introduction	13
Chapitre 1	Etude bibliographique
Chapitre 1	15
1.1 Généralités sur les tôles d'acier laminées à froid	15
1.2 Evolution de la texture avec la déformation	16
1.3 Evolution des microstructures et sous-structures de déformation	17
1.4 Hétérogénéités de déformation	19
1.4.1 Joints de grains, points triples	19
1.4.2 Désorientation intragranulaire	19
1.4.3 Bandes de déformation	20
1.5 Evaluation de l'énergie stockée	23
1.5.1 Par la modélisation	23
1.5.2 Par microscopie électronique	24
1.5.3 Par analyse de profils de diffraction	24
1.5.4 Conclusion sur le calcul de l'énergie stockée	27
1.6 Modélisation de la déformation	27
1.6.1 La démarche micromécanique	27
1.6.2 Le modèle de Taylor	28
1.6.3 Les modèles auto-cohérents	29
1.7 La recristallisation des aciers	30
1.7.1 La restauration	30
1.7.2 Les différentes théories de la recristallisation	30
1.7.3 La germination	31
1.7.4 Germination et hétérogénéités de déformation	31
1.7.5 Des mécanismes de recristallisation fonctions des orientations	32
1.7.6 Evolution des textures de recristallisation avec le taux de laminage	33

1.7.7	Les cinétiques de recristallisation	33
1.8	Influence sur les propriétés mécaniques du matériau	35
1.9	Modélisation de la recristallisation	36
1.9.1	La germination	37
1.9.2	La croissance	37
1.9.3	Energie et mobilité des joints de grains	38
Chapitre 2	Techniques expérimentales	41
2.1	Mesures des textures cristallographiques	41
2.1.1	Mesures par Diffraction des Rayons X (DRX)	41
2.1.2	Mesures par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)	42
2.2	Observations au Microscope Electronique en Transmission (MET)	44
2.3	Indexation automatique au MET	44
2.4	Mesures d'énergie stockée en fonction des orientations par DRX	45
2.4.1	Objectifs	45
2.4.2	Mesures au synchrotron de Grenoble (ESRF)	45
2.4.3	Mesures au synchrotron de Daresbury (SRS)	46
2.4.4	Traitement des données	49
2.5	Mesures d'énergie stockée par nano-indentation	52
2.6	Suivi in-situ de la recristallisation (imagerie et EBSD)	54
2.6.1	Expérience au LPMTM	54
2.6.2	Expérience sur un MEB-FEG à colonne inclinée	57
2.7	Les mesures de désorientations	60
Chapitre 3	Matériau et chemin thermomécanique	63
3.1	Composition chimique	63
3.2	Le laminage à chaud	64
3.3	Le laminage à froid	65
3.4	Les recuits de recristallisation	66

Chapitre 4	Caractérisations mésoscopiques	67
4.1	La déformation	67
4.1.1	Evolution des textures	67
4.1.2	Evolution des microstructures	69
4.2	La restauration	78
4.2.1	Les textures	78
4.2.2	Les microstructures	79
4.3	La recristallisation	80
4.3.1	Les cinétiques de recristallisation	80
4.3.2	Les textures au cours de la recristallisation	81
4.3.3	Les textures de recristallisation	85
4.3.4	Les microstructures	87
4.4	Les propriétés mécaniques	90
4.5	Comment prédire la recristallisation ?	93
4.5.1	Suivi in-situ de la recristallisation	93
4.5.2	Les désorientations	100
4.5.3	Les paramètres importants	102
Chapitre 5	Les paramètres de la déformation	105
5.1	Introduction	105
5.2	Etude des bandes de glissement	105
5.2.1	Propriétés microstructurales	106
5.2.2	Origine des bandes	109
5.3	La microstructure à l'échelle du MET	112
5.4	Les désorientations	122
5.4.1	Désorientations locales	122
5.4.2	Evolution des désorientations locales avec la restauration	127
5.4.3	Désorientations locales et recristallisation	129
5.4.4	Axes de désorientations	131
5.5	Textures à proximité des joints de grains	134
5.6	L'énergie stockée	139

5.6.1	Mesures par Diffraction des Rayons X	139
5.6.2	Mesures de nano indentation	143
5.6.3	Etude de la sous-structure de déformation	144
5.6.4	Confrontation des différentes mesures	146
Chapitre 6	Modélisation micromécanique de la déformation	147
6.1	Objectifs	147
6.2	Description du modèle micromécanique	147
6.2.1	Transition d'échelle	147
6.2.2	Loi locale	148
6.2.3	Identification	149
6.3	Confrontations expérimentales	150
6.3.1	Bandes ou traces de déformation	150
6.3.2	La fragmentation	152
6.3.3	Axes de désorientation	154
6.3.4	Textures de déformation	155
6.4	Discussion	156
6.4.1	Influence de la texture initiale	156
6.4.2	Comparaisons avec le modèle de Taylor	158
	Conclusion générale et perspectives	161
	Références bibliographiques	165

Introduction

Les aciers bas carbone, et notamment les IF (Interstitial Free) sont principalement utilisés dans l'industrie automobile pour des éléments de carrosserie. Avant l'emboutissage, ces tôles subissent généralement un laminage à froid suivi d'un recuit de recristallisation. L'aptitude à l'emboutissage étant intimement liée à l'anisotropie cristalline développée lors du recuit final, la compréhension des mécanismes de recristallisation est essentielle à l'optimisation des caractéristiques mécaniques de ces matériaux.

Malgré un nombre important d'études réalisées sur ce sujet, la formation des textures dans ce matériau n'est pas expliquée et encore moins bien modélisée. Toutefois, les études s'accordent pour dire que la texture de recristallisation est fortement influencée par la sous-structure de déformation. C'est à partir de ce constat que cette thèse s'est orientée vers la caractérisation des sous-structures de déformation afin de comprendre et modéliser, **sur des bases physiques**, les phénomènes métallurgiques et mécaniques induisant des changements de texture cristallographique. Cette étude fait partie d'un programme de recherche général au sein d'ArcelorMittal sur la « compréhension des mécanismes physiques gérant les changements de texture cristallographique » et dans l'axe de recherche « recristallisation statique dans les métaux » au sein du LPMTM.

Comment et quels sont les grains qui se fragmentent pendant la déformation ? Comment l'énergie est-elle stockée après la déformation plastique dans le matériau ? Des tentatives de réponses à ces questions seront proposées dans ce manuscrit. La compréhension de la déformation est d'autant plus importante que que l'énergie stockée constitue la force motrice de la recristallisation.

Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique des travaux concernant aussi bien les microstructures et textures de déformation que de recristallisation.

Les techniques expérimentales sont précisées dans le chapitre 2. En particulier sont détaillées les expériences réalisées en dehors du laboratoire comme par exemple les mesures d'énergie stockée

par orientation au synchrotron; des indexations automatiques au MET (Microscope Electronique en Transmission) ou encore l'étude de la recristallisation in-situ dans un MEB (Microscopie Electronique à Balayage) à colonne inclinée, dédié pour les études à haute température.

Dans le chapitre 3, le matériau, un acier IF stabilisé au Titane ainsi que le chemin thermomécanique subi sont détaillés. Les premières caractérisations de ce matériau, à l'état de réception sont également présentées dans ce chapitre.

Les caractérisations à l'échelle du grain des états déformés, restaurés et recristallisés font l'objet du chapitre 4, principalement par DRX (Diffraction des Rayons X) et MEB couplé à l'EBSID (Electron Back Scattered Diffraction). On a ainsi l'évolution générale des microstructures et des textures au cours du chemin thermomécanique. Cette étude permet de comprendre où se situe le manque d'informations nécessaires à une meilleure compréhension de la recristallisation de ces aciers. Une expérience de recristallisation in-situ dans un MEB illustre ce besoin de données quantitatives issues de l'état de déformation pour prédire la recristallisation.

Dans le chapitre 5, c'est alors une fine caractérisation de l'état de déformation qui est proposée. Aux méthodes d'investigation utilisées précédemment s'ajoute la microscopie électronique en transmission. Une exploitation des données EBSD, plus statistique, est également réalisée pour différentes orientations.

Après une étude expérimentale des hétérogénéités de déformation à différentes échelles, le chapitre 6 est consacré à la modélisation. Il comporte la description du modèle utilisé, les résultats obtenus ainsi qu'une confrontation avec les résultats expérimentaux.

Une conclusion générale ainsi que les perspectives de ce travail sont données à l'issue de ces six chapitres.

Chapitre 1

Etude bibliographique

1.1 Généralités sur les tôles d'acier laminées à froid

Lorsqu'un matériau subit une déformation plastique, il est dit "écroui". Cette déformation plastique introduit dans le réseau des défauts supplémentaires, principalement des dislocations, des lacunes, et éventuellement des macles. L'écrouissage provoque en plus une texture cristallographique, c'est-à-dire une orientation préférentielle des différents grains.

Le laminage est une déformation symétrique vis à vis des plans perpendiculaires aux trois directions principales : DL, la direction de laminage ; DT, la direction transverse et DN, la direction normale au plan de la tôle. Les textures obtenues présentent donc une symétrie orthotrope qui est généralement conservée après le recuit de recristallisation.

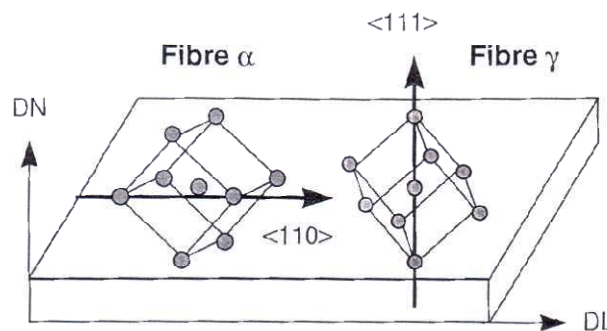


Figure 1.1.1 : Définition des fibres α et γ des textures cristallographiques

Pour décrire facilement la texture des aciers ferritiques à basse teneur en carbone, on utilise les fibres α et γ (Figure 1.1.1) :

- La fibre α désigne l'ensemble des orientations dont la direction $\langle 110 \rangle$ est parallèle à la direction de laminage ; soient les orientations $\{hkl\}\langle 110 \rangle$.
- La fibre γ désigne l'ensemble des orientations dont le plan $\{111\}$ se trouve dans le plan du laminage et est donc perpendiculaire à la direction normale, soient les orientations $\{111\}\langle uvw \rangle$.

La coupe de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$ (Figure 1.1.2) contient ces deux fibres, représentées par des segments de droite définis par $\phi_1=0^\circ$ pour la fibre α et $\Phi=54,7^\circ$ pour la fibre γ .

La formation des deux fibres α et γ pendant le laminage à froid est souvent observée dans le cas des aciers ferritiques, le maximum de texture se trouvant généralement sur la fibre α , à proximité de l'orientation $\{112\}\langle 110 \rangle$.

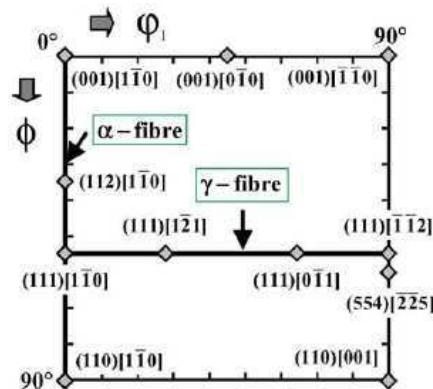


Figure 1.1.2 : Quelques orientations classiques représentées dans la coupe $\phi_2=45^\circ$ de l'espace d'Euler

1.2 Evolution de la texture avec la déformation

De nombreuses études sur les aciers IF (Interstitial Free) déformés par laminage à froid ont été menées et ont révélé la formation d'une fibre γ et d'une fibre α très intenses. Miroux [1] a suivi l'évolution des textures pour des taux de réduction compris entre 55% et 90% sur un IF stabilisé au titane de texture initiale peu marquée. Il remarque que l'intensité de la fibre γ sature dès 55% de réduction de section alors que celle de la fibre α croît de façon continue jusque 90%. Samajdar [2] observe ce même phénomène sur des aciers ultra bas carbone avec une intensification de la fibre γ de 0 à 50% qui stagne par la suite et un renforcement progressif de la fibre α de 0 à 90%, notamment en $\{111\}\langle 110 \rangle$. Lorsque la tôle à chaud est très peu texturée, le maximum après laminage à froid est généralement situé en $\{112\}\langle 110 \rangle$ ou $\{111\}\langle 110 \rangle$. En revanche, dans le cas d'une texture initiale de tôle à chaud très intense et d'un laminage à froid de 90%, Li [3] trouve un maximum en $\{332\}\langle 110 \rangle$.

Si la texture initiale est importante il en est de même pour le nombre de passes effectuées lors du laminage. En effet, Beausir [4] remarque que pour un même taux de réduction final d'un IF, si on augmente le nombre de passes de laminage, la texture obtenue sera plus marquée qu'avec un nombre inférieur de passes. Des déformations par passe de 0,07 ou 0,3 ont également été réalisées sur un acier ferritique laminé à 60% et 80% à froid [5]. Avec de fortes déformations par passe, on aboutit à une texture très hétérogène dans l'épaisseur pour l'échantillon laminé à 60% et à une texture homogène mais une cinétique de recristallisation accélérée dans le cas de l'échantillon réduit à 80%.

1.3 Evolution des microstructures et sous-structures de déformation

La déformation de la ferrite entraîne la formation de structures de dislocations à l'intérieur des grains déformés. Dans un acier IF recristallisé la densité de dislocation moyenne mesurée expérimentalement au MET par la méthode de Ham par Antoine [6] est de $4 \times 10^{12} \text{m}^{-2}$.

Au début de la déformation ($\epsilon < 0,5\%$) la structure de dislocations est constituée d'enchevêtrements de dislocations puis de cellules de dislocations pour constituer des structures de plus basse énergie. Les murs de dislocations s'alignent selon certaines directions cristallographiques pour former des cellules rectangulaires. Pour la ferrite, les systèmes de glissement sont $\{110\} \langle 111 \rangle$ et $\{112\} \langle 111 \rangle$ avec parfois $\{123\} \langle 111 \rangle$.

La microstructure de déformation est parfois décrite en termes de dislocations géométriquement nécessaires (GND) et dislocations statistiquement stockées (SSD) [7]. Les GND ne contribuent pas à la déformation plastique mais agissent tels des obstacles face aux SSD. Leurs proportions évoluent indépendamment pendant la déformation. A l'échelle du MET, Shigaseto [8] propose à l'aide d'une technique d'indexation automatique, de caractériser les parois de dislocations à l'aide d'un gradient de désorientation moyenne :

$$\frac{\overline{d\theta}}{dx} = \frac{1}{2N\Delta x} \sum_{\theta=1}^{15} \theta F(\theta)$$

Avec $2N$ le nombre de pixels, Δx le pas d'indexation (de l'ordre de 35nm) et $F(\theta)$ la distribution de désorientation le long d'un axe x ou y de la cartographie MET scannée mais seules les GND, qui sont la marque d'un changement d'orientation, peuvent être détectées.

L'évolution de la densité de dislocation et de la distance entre parois après traction sur un IF a été déterminé à partir de micrographies MET par Uenishi [9] (Figure 1.3.1). Lorsque la densité de dislocation augmente avec la déformation, la distance entre les parois de dislocations diminue.

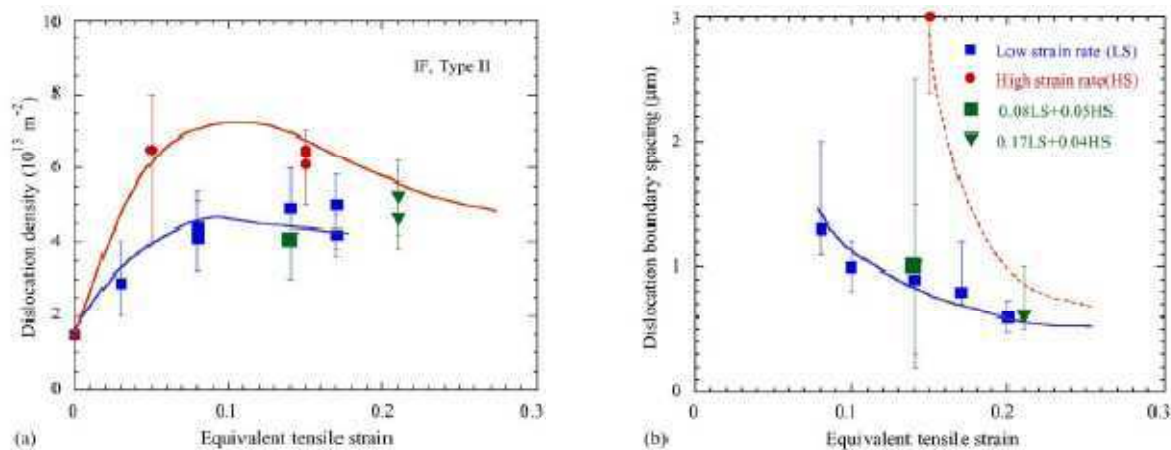


Figure 1.3.1 : Evolution de la densité de dislocations présentes entre les parois de dislocations (a) et espacement de ces parois (b) en fonction de la déformation [9]

Dans le cas du laminage, on observe une accommodation des grains qui se traduit par un allongement dans la direction de laminage et une diminution d'épaisseur le long de l'axe normal. Dans les IF on distingue deux types de grains déformés [1] :

- ceux de fort contraste cristallin : généralement des cellules de petite taille, très désorientées, appartenant à la fibre γ ,
- ceux de faible contraste cristallin, avec de très faibles désorientations internes et appartenant à la fibre α .

Li [10] étudie un IF stabilisé au titane laminé à froid de 30% et 50%. Avec la déformation, la distance entre les murs de dislocations diminue : de $1,2\mu\text{m}$ pour 30% à $0,86\mu\text{m}$ pour 50%. En revanche, la désorientation moyenne augmente avec le taux de réduction : de $2,1^\circ$ à $3,1^\circ$. La désorientation entre deux pixels adjacents est également plus importante dans les grains de la fibre γ que dans ceux de la fibre α .

Samet [11] propose une schématisation des microstructures des grains des fibres α et γ (Figure 1.3.2) et détaille les sous-structures de déformation pour trois orientations principales d'un IF laminé à froid à 40% :

- $\{111\}<112>$: des bandes lamellaires de $0,5\mu\text{m}$ de large, avec à l'intérieur, des cellules de $2\mu\text{m}$ de long et de même largeur que les bandes lamellaires. La désorientation entre ces cellules est inférieure à 3° .
- $\{111\}<110>$: des cellules d' $1\mu\text{m}$ de diamètre avec une désorientation inférieure à 3° .
- $\{001\}<110>$: des cellules de forme mal définie, plus petites, d'environ $0,5\mu\text{m}$ de diamètre, de désorientation très faible ($0,5^\circ$).

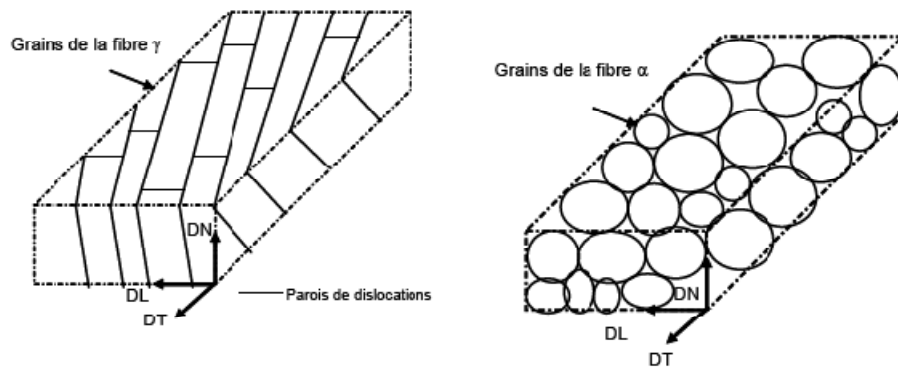


Figure 1.3.2 : Schématisation tridimensionnelle de la sous-structure de déformation d'un acier IF laminé d'après Samet [11]

Grâce au développement récent de l'indexation automatique des clichés de diffraction en microscopie électronique en transmission [12, 13], des études systématiques de tailles de cellules, de murs de dislocations en fonction des orientations vont désormais être réalisables.

1.4 Hétérogénéités de déformation

Il existe plusieurs types d'hétérogénéités de déformation mais dans tous les cas, ces hétérogénéités créent des sites à haut potentiel de germination. Il est donc nécessaire de les caractériser et de les quantifier lors d'une étude de recristallisation.

1.4.1 Joints de grains, points triples

Les joints de grains sont depuis longtemps connus comme de fortes sources potentielles de germination, du fait de leur très haute densité de dislocations. Une étude MET par Inagaki [14] montre que les grains $\{111\}\langle uvw \rangle$ adjacents aux grains $\{111\}\langle 110 \rangle$ tournent autour de $\{111\}\langle 110 \rangle$ près du joint de grain mais que l'inverse n'est pas observé. Depuis, des rotations entre $\{111\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 112 \rangle$ dans les deux sens ont été observés à partir de mesures EBSD sur les tranches DT et DN d'un IF-Ti laminé à 75% [15]. Ces études ont également révélé une texture plus faible près des joints de grains et points triples (points où se rencontrent trois joints de grain), avec un maximum centré autour de $\{001\}\langle 110 \rangle$ au lieu de $\{112\}\langle 110 \rangle$ dans le grain pour la fibre alpha et en $\{111\}\langle 110 \rangle$ au lieu de $\{111\}\langle 112 \rangle$ pour la fibre gamma.

1.4.2 Désorientation intragranulaire

Dès lors que l'on aborde la distinction fibre α , fibre γ , on parle de désorientations intragranulaires puisque celles-ci permettent de les différencier, elles se cumulent pour les grains de la fibre α au contraire des grains de la fibre γ . Cependant, si des lignes de désorientations sont utiles pour illustrer ces différences elles ne peuvent les quantifier. Des mesures par EBSD permettent de quantifier ces différences de désorientation par orientation et il existe différentes façon de calculer cette désorientation.

Des mesures quantitatives de désorientations intragranulaires ont été réalisées sur des IF-Ti de deux manières différentes par J-Y Kang [16]. La première méthode "SGS" pour Scalar Grain Spread calcule une désorientation moyenne entre le grain et tous les pixels qui constituent ce grain sur une cartographie EBSD. La deuxième méthode "GAM" pour Grain Average Misorientation consiste à calculer la désorientation moyenne de toutes les combinaisons possibles de deux pixels voisins du grain considéré. Cette deuxième méthode dépend fortement du pas d'indexation utilisé mais reflète bien l'évolution des hétérogénéités de déformation dans les grains d'orientation $\{111\}$. Il est intéressant de voir que la désorientation déterminée par SGS ne suit pas l'évolution de l'énergie stockée en fonction des orientations. Les deux méthodes donnent un maximum de désorientation pour les grains $\{111\}<112>$, composante majeure de texture de recristallisation présentant souvent des bandes de cisaillement, et un minimum pour les grains $\{112\}<110>$, du fait de la grande stabilité de cette orientation.

1.4.3 Bandes de déformation

Dans le cas du laminage, les bandes de déformation sont des strates parallèles présentant des alternances d'orientations cristallines. Selon le taux de déformation leurs propriétés : taille, désorientation et inclinaison diffèrent. Humphreys [17] nous les redéfinit par ordre d'apparition avec la déformation :

- Murs de dislocations (Dense dislocation walls, DDW)
- Microbande : ensemble de murs parallèles
- Bande de déformation
- Bande de Transition
- Bande de cisaillement
- Bande en "S"

Deux mécanismes différents pouvant expliquer l'apparition des bandes de cisaillement et la sous-structure finale équiaxe (e) sont présentés par Xue [18] dans la Figure 1.4.1:

- (a) cellules de dislocations, (b) cellules allongées, (c) accumulation de dislocations et annihilation de murs puis (d) formation de sous-cellules ellipsoïdales ;
- (f) bandes allongées, (g) bandes rectangulaires, (h) division des bandes (i) formation des sous-grains à partir de joints courbes.

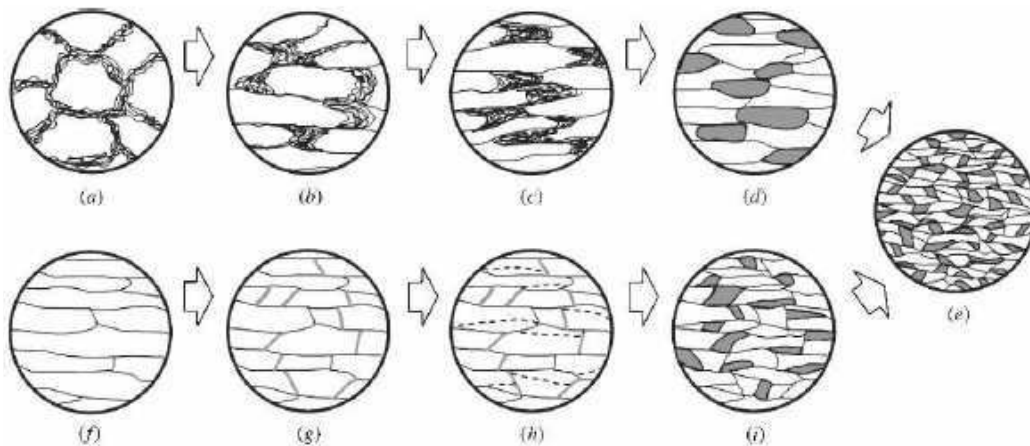


Figure 1.4.1 : Schéma sur les mécanismes de formation des bandes de cisaillement [18]

Dans les IF on trouve de nombreux exemples de bandes de déformation dans la littérature. Duggan [19] observe la formation de microbandes dès 6,3% de réduction de section par déformation à froid. La présence de bandes semble dépendre de la texture mais aussi de la microstructure. En effet pour les grains $\{111\}\langle 112 \rangle$ deux types de microstructure sont observés. Ses résultats sont résumés dans le Tableau 1.4.1. Sa conclusion est la suivante : si un ou deux plans de glissements sont activés alors un ou deux jeux de microbandes seront produites (cas des grains $\{111\}\langle 123 \rangle$ de microstructure fine et très fragmentée) mais si plus de trois plans sont aussi intensément activés alors la déformation sera homogène. Ces bandes seraient alors dues à l'activation d'un nombre de systèmes de glissement inférieur au nombre nécessaire pour une déformation homogène dans le grain. Elles apparaissent préférentiellement dans les grains de forte énergie stockée.

	Schmid factor, Γ^s	Taylor factor, M	Microstructure at 48% rolling
Starting orientation close to α and stays at α	4-6 slip systems are highly stressed ($\Gamma^s > 0.70$) value.	2.31-2.80	Class I
Starting orientation close to γ and stays at γ	No slip system is highly stressed ($\Gamma^s > 0.70$) value.	3.56-3.75	Class II
Other orientation rotated to $\{111\}\langle 123 \rangle$	3 slips systems are highly stressed, have the same slip direction. 2 among the 3 are extremely stressed having $\Gamma^s > 0.90$	2.37-2.84	Class II
Other orientations rotated to $\{111\}\langle 112 \rangle$	Two kinds of initial orientations: The first kind has no slip systems highly stressed and other have many slip systems highly stressed.	2.75-3.75	Class II and III
Other orientations rotated to $\{111\}\langle 110 \rangle$	Many or 2 slip systems are highly stressed.	3.12-3.17	All classes

Tableau 1.4.1 : Facteurs de Schmid et de Taylor en fonction des orientations et des microstructures observées dans un IF laminé à 48% [19]

A seulement 10% de déformation, des murs de dislocations à 40° de DL sont observés par microscopie électronique en transmission (MET) dans un IF [3]. A partir de 50% ce sont des microbandes qui apparaissent à 28° de DL. Pour des taux plus élevés les grains sont très allongés selon DL et à partir de 90% de réduction la structure lamellaire est très marquée avec des régions α et γ bien distinctes. L'étude d'un acier déformé à froid de 30% par Inagaki [14] montre que les cellules équiaxes s'allongent et s'orientent à 35° de DL au cours du laminage. En revanche, pour une déformation de 70%, les cellules sont alignées selon DL avec apparition d'écheveaux de dislocations qui traversent les cellules et sont inclinées de 27° par rapport à DL. D'après ces deux études il semble que des bandes de déformations sont alignées à $35-40^\circ$ de DL au début de la déformation puis autour de 27° après 50% de réduction.

Après laminage à chaud à 10% et 30%, Haldar [20] détaille les sous-structures de déformation en séparant les grains de la fibre α , ceux de la fibre γ (à $\pm 15^\circ$ des orientations de la fibre) et ceux dont l'orientation ne correspond à aucune de ces fibres. Pour cette dernière catégorie, l'orientation des bandes est autour de $\pm 45^\circ$ par rapport à DL alors que pour les fibres elle n'est plus que de $\pm 35^\circ$ toujours par rapport à DL. La distance entre les parois est la plus faible pour les grains de la fibre γ alors que la désorientation moyenne des cellules est la plus faible dans les grains de la fibre α .

Barnett [21] parle de macrobandes dues à une déformation par cisaillement à l'intérieur des grains : certaines sont orientées à $30-35^\circ$ par rapport à DL et d'autres à $17-20^\circ$ par rapport à DL. Il considère qu'après un laminage à 65%, 30% de grains présentent des bandes de cisaillement et ceci quelque soit la température de déformation.

Il est intéressant de noter que ces bandes de déformation sont présentes dans d'autres matériaux (Fe, Al, Cu, Ni, Ag), également inclinées à $25-35^\circ$ de DL.

Récemment, en couplant les techniques FIB et EBSD, une représentation en trois dimensions de ces bandes présentes dans un IF laminé à 40% a été possible [22]. Les microbandes présentent des surfaces irrégulières courbes. Ceci explique le fait qu'elles apparaissent rectilignes sur DT mais ondulées sur DN. Trois plans de glissement pourraient être à l'origine de cette surface courbe.

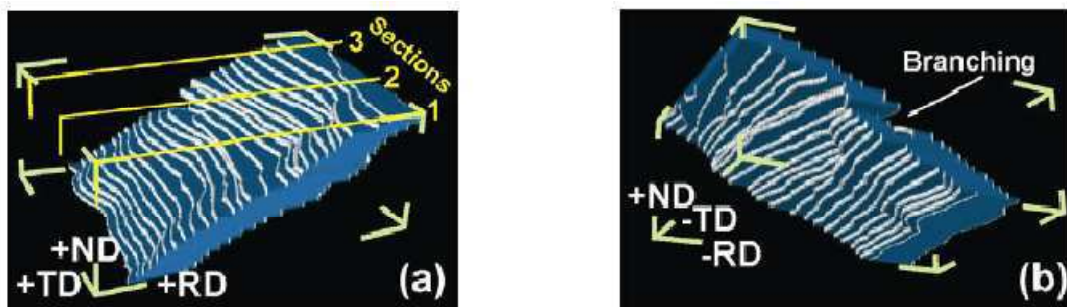


Figure 1.4.2 : Projections de face (a) et arrière (b) d'une microbande reconstruite après FIB-EBSD [22]

1.5 Evaluation de l'énergie stockée

L'état de déformation détermine en partie la microstructure et la texture finale du matériau recristallisé. C'est pourquoi il est important d'évaluer l'influence de la déformation plastique sur les mécanismes de recristallisation. L'énergie stockée pendant la déformation provient du champ de déformation élastique des dislocations et constitue la force motrice pour la recristallisation. Cette énergie peut être évaluée de différentes manières. Les méthodes permettant l'évaluation de l'énergie stockée par orientation cristallographique font l'objet du paragraphe suivant.

1.5.1 Par la modélisation

Trois quantités sont souvent calculées par des modèles polycristallins pour évaluer la quantité d'énergie stockée dans le matériau : la densité de dislocations, la quantité totale et la quantité finale de travail plastique accumulé.

Une autre manière d'estimer l'énergie stockée est le calcul de l'énergie élastique. A l'aide d'un modèle auto-cohérent, Wierzbanski [23] calcule l'énergie stockée résultant de l'augmentation de la densité de dislocations dans les grains, E^{dis} ainsi que E^{el} résultant des incompatibilités entre les grains (mesure des contraintes résiduelles). Il montre que E^{dis} est un ordre supérieur à E^{el} , ce qui se traduit par un rôle prépondérant de E^{dis} lors de la recristallisation.



Figure 1.5.1 : Maxima d'énergie stockée reliée à la densité de dislocations – E^{dis} (en gris), superposés aux textures déformées et recristallisées (lignes de niveau) sur une coupe à $\phi_2=45^\circ$

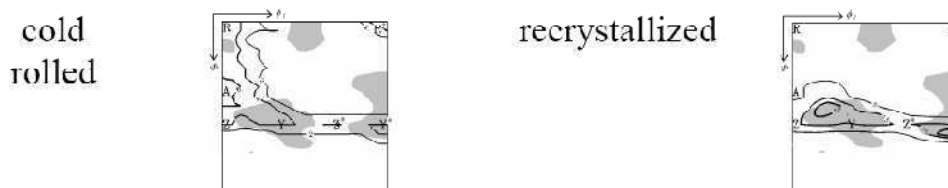


Figure 1.5.2 : Minima d'énergie stockée reliée au second ordre d'incompatibilité des contraintes – E^{el} (en gris), superposés aux textures déformées et recristallisées (lignes de niveau) sur une coupe à $\phi_2=45^\circ$

Quelles que soient les quantités calculées, les variations selon les orientations sont sensiblement égales. En revanche l'étude de Bacroix [24] révèle un point important : ces variations dépendent du modèle utilisé. En effet, avec un modèle de Taylor le maximum d'énergie est trouvé dans les orientations de la fibre γ (tous les grains se déforment de la même manière) alors qu'avec un modèle auto-cohérent il apparaît être situé dans celles de la fibre α . Il est en conséquence primordial de pouvoir évaluer expérimentalement cette énergie stockée en fonction des orientations.

1.5.2 Par microscopie électronique

A partir de la sous structure de déformation

L'énergie bloquée peut être mesurée indirectement au MET, à partir de la taille des cellules (d) et de la désorientation des parois (θ). Elle est donnée par la formule de Dillamore [25]:

$$E_S = \frac{KV}{d} \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right)$$

avec K le facteur de forme des sous-grains, V le volume atomique, γ_m l'énergie de joint de grain maximum équivalent à θ_m , la désorientation moyenne.

Avec cette méthode l'énergie réellement associée aux parois est sous-estimée car les dislocations extrinsèques et isolées sont négligées. Elle permet néanmoins d'évaluer les énergies bloquées par famille d'orientations [26], à savoir : $E_{S\{100\}} < E_{S\{112\}} < E_{S\{111\}}$.

A partir de l'indice de qualité des scans EBSD

Les niveaux de gris minimum et maximum de la transformée de Hough étant liés au taux de dislocations, les indices de qualité Q , fournis par l'analyse EBSD, permettent d'estimer qualitativement l'énergie stockée pour chaque orientation i [27] :

$$E_S \propto 10 \left[1 - \frac{Q_i(g_i) - Q_{min}}{Q_{max} - Q_{min}} \right]$$

La qualité des diagrammes dépendant énormément des conditions expérimentales (comme la préparation des échantillons ou la contamination) les valeurs d'énergie obtenues ne sont que semi-qualitatives.

D'après l'étude de Choi [28] seule la méthode d'analyse de la sous-structure permet d'évaluer quantitativement l'énergie stockée en fonction des orientations par microscopie. Celle-ci peut également s'effectuer par EBSD lorsqu'il est couplé à un microscope FEG, capable de dissocier les sous grains. L'énergie stockée la plus élevée trouvée pour l'acier bas carbone étudié, laminé à froid à 50%, est attribuée à l'orientation $\{554\} < 225 >$, composante majeure après recristallisation.

1.5.3 Par analyse de profils de diffraction

La diffraction de rayons X ou de neutrons permet la mesure de la distorsion du réseau cristallin produite par la présence de dislocations dans le matériau. Cette méthode non-destructive nous renseigne sur la densité de dislocations mais également sur la distribution et l'organisation de ces dislocations. Comme l'élargissement d'un profil est dû à la totalité des défauts cristallins, leurs effets sont mélangés et il est important de les séparer pour ne prendre en compte que celui de la déformation. Les méthodes les plus répandues pour séparer ces effets sont détaillées dans ce paragraphe.

Méthode de Groma-Ungar-Wilkens

La distribution réelle des dislocations dans un cristal déformé est introduite par Wilkens [29] :

$$W = \frac{Kb^2}{4\pi} \rho \ln \left(\frac{R_e}{r_0} \right)$$

avec ρ la densité de dislocation, K un facteur d'énergie, R_e et r_0 les rayons externe et interne des dislocations.

Le rayon de coupure R_e représente la portée moyenne des dislocations tandis que r_0 est la distance moyenne entre les dislocations.

Dans le cas d'une distribution des dislocations à faible énergie, lorsque la portée d'une dislocation s'arrête au voisinage de la dislocation la plus proche, $R_e = 1/\sqrt{\rho}$, Wilkens a proposé d'introduire le paramètre M pour caractériser la distribution des dislocations :

$$M = R_e \sqrt{\rho} = \frac{R_e}{r_0}$$

Des méthodes expérimentales pour déterminer ρ et R_e par DRX ont été développées par Wilkens et Groma [30]. Cette méthode a ensuite été validée par Borbély en 2000 [31] sur du fer pur pour la mesure d'énergie dans les composantes de texture $\{001\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 121 \rangle$.

Méthode de Warren-Averbach

La théorie de Warren-Averbach [32,33] a été la première à utiliser les coefficients de Fourier pour représenter l'élargissement des pics et tenter de séparer l'effet taille de grains de celui de la déformation. Dans le cadre de la théorie cinématique, ces coefficients sont obtenus par la transformée de Fourier du pic diffracté (scan θ -2 θ) :

$A(n) = \exp[2\pi i g(\delta R_k - \delta R_l)]$ où n est le paramètre de Fourier, g le vecteur de diffraction et δR_i le vecteur déplacement de l'atome i par rapport à sa position initiale.

En émettant l'hypothèse que la présence de dislocations est la principale source de déformation élastique dans le matériau (absence de fortes contraintes internes), on peut remonter à une densité de dislocation mesurée ρ^* en fonction de l'élargissement $A(n)$ de la raie :

$\ln|A(n)| = -\eta n^2[\rho^*] \ln([R_e]/n) + K n^4[\rho^*] \ln(R_2/n) \ln(R_3/n) + o(n^4)$, avec $\eta = \frac{\pi}{2} g^2 b^2$ et $[R_e]$ le rayon de coupure effectif.

Quelques valeurs issues de la littérature

Des valeurs d'énergie stockée obtenues par diffraction dans des aciers sont répertoriées dans le Tableau 1.5.1. Ces valeurs proviennent de mesures sur différents plans de diffraction. On voit ainsi l'influence de la texture sur les valeurs d'énergies, avec en moyenne un facteur 2 entre les plans {200} et {222}.

Matériau Références	LAF (%)	Rayons X ou Neutrons	Plans de diffraction			
			{110}	{200}	{211}	{222}
Acier extra-doux effervescent H. Takechi et al., 1968	70	Rayons X	5,7	1,1	1,6	2,1
Acier extra-doux effervescent R.L. Every et M. Hatherly, 1974	70	Rayons X		3,6	4,5	7,8
Acier extra-doux effervescent D.J. Willis et M. Hatherly, 1976	72	Rayons X		6,2	8	6,6
Acier extra-doux effervescent J.L. Lebrun et al., 1978	70	Rayons X		4,3	4,9	4,1
Acier calmé à Al R.L. Every et M. Hatherly, 1974	70	Rayons X	11,5	3,8	5,8	7,8
Acier calmé à Al J.L. Lebrun et al., 1978	76	Rayons X		3,9	5,4	4,5
Fer pur M. Matsuo et al., 1971	70	Rayons X	6,3	1,2		3,0
Fer ultra-pur A. Borbely, J.H. Driver, 2001	48	Rayons X		4,3		6,2
	88			4,3		13,3
Fer ultra-pur ($W_{\text{intergranulaire}}$) A. Borbely, J.H. Driver, 2004 ¹	48	Rayons X		3,0		0,5
	88			1,5		0,5
Acier IF-Nb J. Henry, 1995	70	Neutrons		2,6 à 2,8	3,4 à 3,7	3,5 à 3,8
Acier IF-Ti N. Rajmohan et al., 1997	80	Neutrons	20	11,2	23,3	20,1 à 25,5
Acier IF-Ti A. Samet-Meziou et al., 2004 ²	40	Neutrons		3		6 à 8

Tableau 1.5.1: Mesure de l'énergie stockée (J/mol) par élargissement des pics, les données proviennent essentiellement de la thèse de Samet [11] et de la thèse d'habilitation de Régé [34]

¹ mesures pour les orientations précises {100}<110>, {110}<112>

² mesures pour les orientations précises {100}<110>, {110}<112> et {110}<111>

1.5.4 Conclusion sur le calcul de l'énergie stockée

Il apparaît clair, quelles que soient les méthodes expérimentales utilisées, que l'énergie stockée dans les grains appartenant à la fibre γ est beaucoup plus importante que dans ceux de la fibre α (environ 4 fois supérieure [31]). Les valeurs d'énergie stockée varient entre 1 et 18J/mol [35] et selon les orientations dans l'ordre suivant : $Es_{\{100\}} < Es_{\{211\}} < Es_{\{111\}} < Es_{\{110\}}$. En revanche, peu de valeurs d'énergies, quantitatives et par orientation, désormais possible grâce à des mesures en synchrotron (mesures locales de très haute résolution angulaire) ont été mesurées. Ces valeurs permettraient une meilleure description de l'état de déformation du matériau, nécessaire à la modélisation.

1.6 Modélisation de la déformation

La modélisation de la déformation peut s'effectuer à différentes échelles. L'échelle la plus fine utilisée est celle de la sous-structure de dislocations (microscopique $\sim 0,5\mu\text{m}^3$), c'est aussi celle qui requiert le plus de temps de calcul. Ensuite, à l'échelle du grain on parle d'échelle mésoscopique ($\sim 20\mu\text{m}^3$), puis lorsque l'on considère un ensemble de grains, ce sont des modèles macroscopiques ($\sim 0,5\text{mm}^3$).

Pour modéliser le comportement mécanique et l'évolution des textures cristallographiques des aciers bas carbone la prise en compte de l'anisotropie macroscopique mais également locale est primordiale. Deux approches peuvent être utilisées : phénoménologique ou micromécanique. Avec une approche phénoménologique une nouvelle identification des paramètres est nécessaire pour chaque matériau. De plus ce type de modèle ne peut aider à la compréhension des liens existants entre la microstructure et les propriétés mécaniques résultantes. A l'inverse, l'approche micromécanique permet une description du comportement thermomécanique dans les matériaux hétérogènes.

1.6.1 La démarche micromécanique

En micromécanique on distingue deux approches différentes :

- Une représentation discrète de la microstructure

C'est le cas par exemple des méthodes dites des Eléments Finis qui permettent la modélisation du comportement d'un agrégat de cristaux à partir d'un maillage. Applicables à des microstructures complexes, ces modèles permettent une étude locale des mécanismes [36]. Cette méthode est le plus souvent utilisée pour des études de quelques grains seulement à cause d'un temps de calcul important.

- Une représentation statistique de la microstructure

Ces modèles, dits de transition d'échelle ou d'homogénéisation, permettent de représenter le comportement macroscopique du polycristal en prenant en compte des hétérogénéités microstructurales. Pour cela on définit un volume élémentaire représentatif VER, dans lequel les champs mécaniques sont homogènes. On cherche ensuite à relier ces champs macroscopiques aux contraintes et déformations à l'échelle du grain, c'est l'étape de localisation. Avec des lois de

comportement local, on détermine les champs par phase et enfin, une étape d'homogénéisation permet de remonter au comportement mécanique du VER. Le principal défaut de ces approches statistiques est de ne pas tenir compte de façon explicite de l'influence des grains voisins.

1.6.2 Le modèle de Taylor

L'hypothèse de Taylor consiste à dire que le tenseur de vitesse de déformation microscopique est égal au tenseur de vitesse de déformation macroscopique, c'est-à-dire que la déformation dans chaque grain est égale à la déformation macroscopique. Ce modèle, aussi appelé "Full Constraint" impose cinq systèmes de glissement actifs simultanément. Sur des IF très déformés, ce modèle va surestimer la fibre γ et sous-estimer la fibre α .

Afin de diminuer ces intensités, des variantes de ce modèle on été développées pour créer un relâchement en se basant sur la morphologie des grains. C'est le cas du modèle dit de "Taylor relâché" avec un mode "lath" permettant un relâchement en autorisant uniquement un cisaillement selon DL ou un mode "pancake" avec un cisaillement suivant DL et DT. Les deux fibres sont malgré tout surestimées avec ce modèle. D'autres types de relâchement du modèle de Taylor ont été ensuite développés, à partir de fluctuations statistiques [37] ou de morphologie d'interfaces [38, 39].

On peut citer le papier de Van Houtte et al [39] qui expose des textures de déformation après 70% de laminage d'un acier IF avec six modèles différents, dérivés du modèle de Taylor : CPFEM, GIA, LAMEL et ALAMEL. Les coupes de l'espace d'Euler à $\phi_2=45^\circ$ sont reproduites dans la Figure 1.6.1.

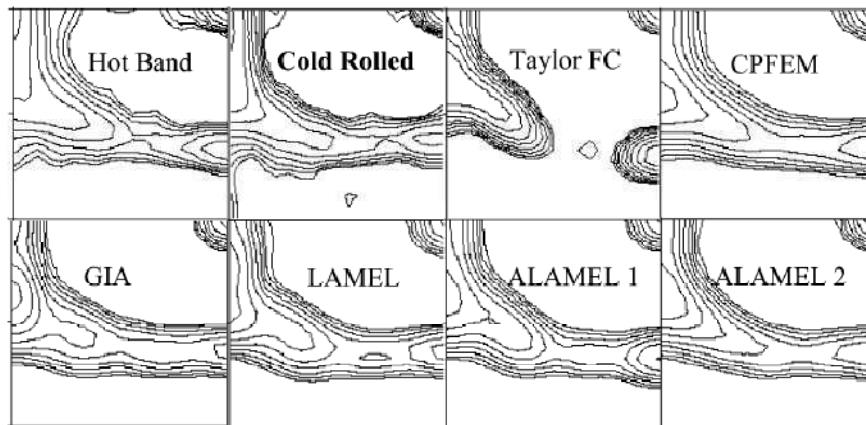


Figure 1.6.1 : Coupes à $\phi_2=45^\circ$ des textures de tôle à chaud, de déformation après 70% de laminage à froid expérimentales d'un acier IF puis de déformation après simulation selon six modèles différents d'après [39]. CPFEM : méthode des éléments finis [40], ALAMEL 1 à partir de grains équiaxes, ALAMEL 2 à partir de grains allongés (microstructure semblable à celle obtenue après réduction de 40%) avec le système de glissement $\{123\}\langle 111 \rangle$ supplémentaire. Niveaux : 1-1.4-2.8-4-5.6-8-11-16-22.

Il est important de noter ici que la texture initiale de tôle à chaud ressemble fortement à la texture de déformation expérimentale. Ceci n'est pas toujours le cas pour les aciers bas carbone laminés à chaud puis à froid. Les prévisions de texture sont nettement améliorées avec les modèles dérivés du modèle de Taylor par rapport au modèle Full Constraint.

1.6.3 Les modèles auto-cohérents

L'approximation auto-cohérente consiste à utiliser la solution du problème de l'inclusion d'Eshelby [41] pour déterminer des tenseurs de localisation moyens par phase. Les champs de contrainte et de déformation moyens par phase sont supposés égaux aux champs homogènes dans une inclusion ellipsoïdale immergée dans un milieu infini. Chaque phase est considérée comme une inclusion et l'interaction avec la matrice est estimée. Les procédés d'homogénéisation permettent d'obtenir des informations sur la distribution des champs mécaniques à l'intérieur des phases [42]. Un schéma de l'approche auto-cohérente est proposé en Figure 1.6.2.

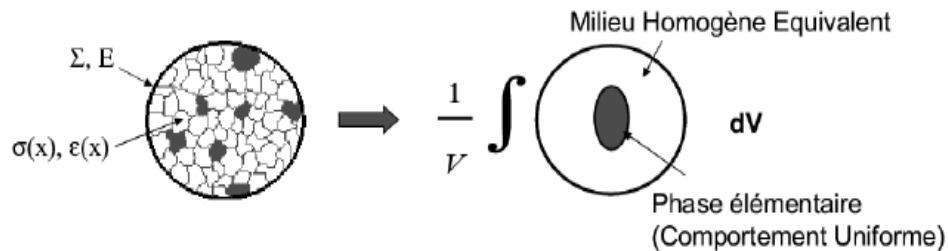


Figure 1.6.2 : Schéma de l'approche auto-cohérente

Ces modèles permettent de considérer le polycristal comme un composite du point de vue des orientations cristallines, tous les grains de même orientation constituant une phase. La microstructure peut être définie en termes de texture cristallographique et de morphologie et différentes lois de comportement local, lois d'écoulement plastique et d'écrouissage peuvent être implémentées [43,44].

Nous avons vu dans ces premiers paragraphes l'importance de la connaissance des textures pour la compréhension des mécanismes de la déformation mais il en est de même pour la recristallisation. En effet, si les sous-structures sont fortement dépendantes des orientations, la restauration et la recristallisation seront également très dépendantes des orientations.

1.7 La recristallisation des aciers

1.7.1 La restauration

Le phénomène de restauration consiste en un réarrangement et en une diminution des défauts engendrés par l'écrouissage. Sous l'effet de la température les dislocations sont plus mobiles et s'organisent pour former des configurations plus stables (en général des cellules polygonales). Les parois des cellules de déformation deviennent alors des sous-joints, structures de dislocations régulières.

Sur un acier ultra bas carbone (30ppm C), Martinez [45] montre que lors des recuits à des températures inférieures à 500°C, le temps de recuit n'influence pas la dureté (mesurée sur DN et DT), alors que les effets de la recristallisation sont clairement visibles avec des mesures de champs coercitifs. Le carbone en solution, ségrégué au niveau des dislocations, retarde la restauration. Pour les aciers IF stabilisés, la restauration aura alors plus d'effet sur la dureté du matériau que pour les ultras bas carbone. La restauration affecte surtout les grains de la fibre γ (voir Figure 1.7.1) avec la formation de sous-grains bien définis et une perte d'énergie stockée plus importante que dans les grains de la fibre α .

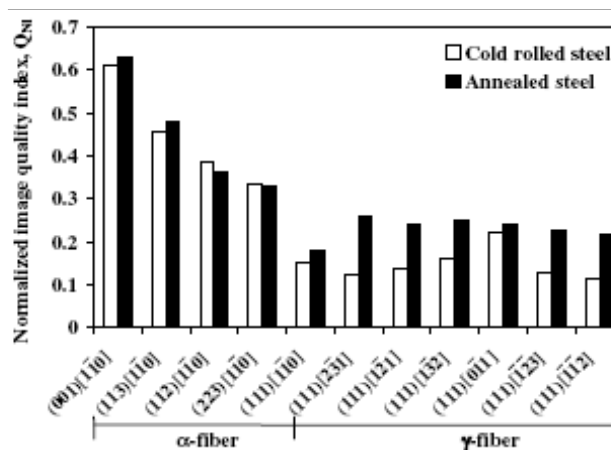


Figure 1.7.1 : Indices de qualité normalisés pour un acier laminé à froid et recuit 4,8h à 500°C [45]

1.7.2 Les différentes théories de la recristallisation

La recristallisation se définit par deux procédés : la germination et la croissance. La germination est la formation d'un petit volume de matériau, à l'intérieur de la matrice déformée, délimité par un joint de grain fortement désorienté [46]. La limite de résolution des techniques de caractérisation freine la compréhension de ce mécanisme. Pour la croissance, phénomène de migration des joints de grains, l'échelle microscopique est suffisante et de nombreuses études ont déjà été menées.

Pour expliquer le mécanisme de germination et de croissance de nouveaux grains qui envahissent progressivement la matrice écrouie, créant de fortes textures de recristallisation, deux théories s'opposent : germination orientée et croissance orientée.

Croissance orientée

Dans cette approche, certains grains croissent plus vite que d'autres mais la germination est homogène. Certaines études se basent sur cette théorie pour expliquer le ralentissement de la cinétique de recristallisation observé en fin de recristallisation [47,48]. La croissance des grains s'effectuant en premier pour les grains de la fibre γ puis pour ceux de la fibre α . Il a par la suite été démontré que cette théorie, appliquée à une distribution aléatoire d'orientations des germes, ne peut conduire qu'à de faibles textures de recristallisation [46,49].

Germination orientée

Cette théorie affirme que les germes se développent plus vite dans certaines orientations et c'est alors cette étape de germination qui détermine la texture finale du matériau. D'après un grand nombre d'études [50], la germination a lieu préférentiellement dans les grains de forte énergie stockée ou très désorientés. Dans les aciers IF cela correspond aux grains de la fibre γ . La germination apparaît ainsi être l'étape déterminante lors de la création des textures de recristallisation. Le paragraphe suivant détaille ce processus.

1.7.3 La germination

Le fait que la texture des premiers germes est très souvent identique à celle de la texture du matériau recristallisé montre l'importance de cette étape de germination dans la recristallisation. Les mécanismes prépondérants sont les phénomènes de croissance de sous grains, et la germination dite par SIBM (Strain Induced Boundary Migration).

Le mécanisme de SIBM intervient aux joints de grains d'angle élevé préexistants dans la matrice déformée. Il survient surtout lors de faibles taux de déformation et à des températures assez élevées [48]. La restauration, utile pour créer le joint de grain n'est alors plus nécessaire et on observe un gonflement d'une partie d'un joint de grain préexistant en laissant derrière lui une zone vierge de dislocations (phénomène parfois appelé "bulging"). La germination peut alors commencer dans les grains les moins énergétiques (grains de la fibre α) et la présence d'éléments interstitiels en solution solide permet son activation. Pour qu'elle ait lieu il faut néanmoins qu'il existe une différence de densité de dislocations (ou d'énergie stockée) entre le grain qui va croître et celui qu'il consomme [11]. Ce mécanisme favorise ainsi le développement d'orientations de faible énergie stockée, soit la fibre α dans le cas des aciers laminés à froid.

Le mécanisme de croissance anormale de sous grains est activé par la migration des joints de grains de faible énergie. Cette croissance s'effectue alors en direction du centre de courbure du joint de faible énergie. Pour que de nouveaux grains se développent selon ce mécanisme des hétérogénéités doivent exister dans la matrice, ce qui est le cas des microstructures obtenues après laminage à froid des aciers bas carbone.

1.7.4 Germination et hétérogénéités de déformation

L'étude de Miroux [1] a permis de montrer que l'étape de germination était liée à la microstructure de déformation. Les germes apparaissent en premier dans les grains écrouis ayant

de fortes désorientations puis aux joints de grain et enfin dans les grains écrouis de faibles désorientations.

Dans un aluminium laminé à froid à 40%, Sabin [51] observe deux types de germination aux points triples. Dans le premier cas les germes ont des orientations proches de celle du grain parent, alors que dans le second, les orientations des germes ne sont pas présentes dans la microstructure déformée.

La diffraction de rayons X à trois dimensions est une technique non destructive qui permet l'observation de l'apparition des points triples après restauration et de suivre les cinétiques de germination. Pour cela une zone contenant des points triple est tout d'abord repérée par EBSD et ensuite analysée par DRX [52]. Les pôles de diffraction des grains déformés sont allongés alors que ceux des germes sont très petits. Il suffit alors d'intégrer les intensités des spots de diffraction des germes pour suivre leur cinétique. Cette technique a permis de mettre en évidence la présence de germes d'orientations différentes de celles de leurs grains parents. Ce phénomène est le plus souvent observé dans des polycristaux déformés [53].

1.7.5 Des mécanismes de recristallisation fonctions des orientations

La difficulté de la compréhension des mécanismes de recristallisation réside dans le fait qu'ils diffèrent selon la présence ou non d'hétérogénéités de déformation mais aussi en fonction des orientations cristallographiques. Par exemple les grains de la fibre α ne donnent pas lieu à une germination intragranulaire [54].

Samet [11] sur un IF-Ti laminé à 40% différencie les modes de recristallisation en fonction des orientations avec :

- dans les grains $\{111\}\langle 112 \rangle$, une restauration généralisée (croissance continue des sous grains) ;
- dans les grains $\{111\}\langle 110 \rangle$, le phénomène de bulging, notamment pour les germes près des joints de grain ;
- dans les grains $\{001\}\langle 110 \rangle$: également ce bulging mais retardé car les cellules de déformations sont plus petites et le gradient de désorientation plus faible que pour $\{111\}\langle 110 \rangle$.

La taille des grains recristallisés est également différente selon les orientations avec l'évolution suivante observée par Samajdar [55] : Taille $\{111\}\langle 112 \rangle < \text{Taille } \{112\}\langle 110 \rangle < \text{Taille } \{001\}\langle 110 \rangle$. Ceci montre bien la complexité des mécanismes de recristallisation, fonctions des orientations.

De nouvelles techniques permettent désormais d'approfondir l'analyse de ces mécanismes de recristallisation. En particulier le couplage EBSD et montée en température in-situ permet de rendre compte de l'évolution des orientations des grains avec la recristallisation. Seaton [56] a ainsi suivi la germination d'un acier ultra bas carbone laminé à 75%. A 550°C il trouve une très forte concentration de germes dans les grains d'orientation $\{111\}$ parallèle à DL.

1.7.6 Evolution des textures de recristallisation avec le taux de laminage

Quadir [57] trace l'évolution des textures de déformation et de recristallisation d'un IF laminé de 30% à 95%. Après 30% de réduction d'épaisseur, une fibre α est formée et la fibre γ ne se développe qu'après 50% et se renforce jusque 80%. Après 95%, la fibre γ n'est plus uniforme, elle s'étale entre les orientations $\{111\}\langle 123 \rangle$ et $\{554\}\langle 225 \rangle$. Différents mécanismes de recristallisation ont lieu selon le taux de déformation avec une germination aux joints de grains aux faibles taux de réduction, puis dans les grains de la fibre γ et enfin dans des bandes de déformation au-delà de 95% de réduction.

D'autres études ont révélé des mécanismes de recristallisation différents selon le taux de déformation. Par exemple, dans un acier IF-Ti laminé à 40%, les premières étapes de la recristallisation semblent avoir lieu par croissance continue des sous grains, avec ou sans phénomène de bulging des joints de grains [11]. Ensuite, après 55% de laminage à froid, Miroux [1] n'observe pas de germination liée à des hétérogénéités de déformation mais un mécanisme de grossissement anormal de sous grains. En revanche, après 90% la germination a lieu préférentiellement dans les grains d'orientations proches de $\{111\}\langle 112 \rangle$ et le maximum de texture se situe en $\{879\}\langle 362 \rangle$.

Pour les aciers fortement déformés, la littérature est abondante car les textures créées permettent leur bonne emboutissabilité. Par exemple, Samajdar [55], sur un IF-Ti laminé à froid à 90% s'intéresse à la cause du renforcement des fibres avec le taux de réduction, et essentiellement celui de la fibre γ , à savoir un avantage en nombre ou en taille de grains. L'explication proposée est la présence d'un plus grand nombre de grains γ et non leur taille, en effet très similaire des grains d'autres orientations. En revanche, sur un acier déformé à 95%, Verbeken [58] associe l'apparition de deux composantes très marquées $\{113\}\langle 471 \rangle$ et $\{554\}\langle 225 \rangle$ à la présence de gros grains. Ces composantes, absentes au début de la germination, apparaissent lorsque l'orientation $\{112\}\langle 110 \rangle$ disparaît. Quadir [59], avec un acier bas carbone fortement écroui (90%) trouve un maximum de texture de recristallisation en $\{411\}\langle 148 \rangle$, une orientation proche de $\{113\}\langle 471 \rangle$ observée par Verbeken.

1.7.7 Les cinétiques de recristallisation

La recristallisation des aciers bas carbone est souvent décrite comme une recristallisation en deux temps : rapide au début avec la consommation des grains γ puis plus lente avec celle des grains α . A 50% de fraction recristallisée, les grains déformés sont tous de la fibre α [60]. Ces grains ayant une énergie plus faible, la cinétique ralentit. De plus, en fin de recristallisation, l'influence des précipités devient plus importante et ralentit encore cette cinétique.

Ce ralentissement est également observé par Samajdar [61] qui décrit la cinétique de recristallisation d'un acier IF-Ti laminé à froid à 90% en quatre étapes :

- lente de 0% à 7% de fraction recristallisée,
- rapide de 7% à 70%,
- lente de 70% à 96%,
- extrêmement lente de 96% à 100%.

Les régions non recristallisées observées sont pour 65% des grains de la fibre α , d'orientations $\{001\}\langle 110\rangle$ et $\{112\}\langle 110\rangle$, certainement responsables de la très lente cinétique observée en fin de recristallisation. La diminution d'énergie stockée, à travers la restauration dans les régions non recristallisées pourrait également expliquer cette cinétique très lente.

Un autre moyen de caractériser les cinétiques de recristallisation est d'utiliser la représentation JMAK (Johnson-Mehl-Avrami-Kolmogorov) qui exprime la fraction recristallisée comme suit :

$$X_v = 1 - \exp(-rt^n)$$

X_v étant la fraction recristallisée, r un paramètre fonction du taux de germination et t le temps d'incubation.

Le coefficient d'Avrami, n , compris entre 0 et 4, est alors déterminé en traçant la droite d'équation suivante :

$$\ln \left[\ln \left(\frac{1}{1 - X_v} \right) \right] = \ln(r) + n \ln(t)$$

Si les étapes de restauration et de recristallisation ont lieu en même temps alors n sera faible. Lorsque $n=4$, cela signifie que la germination est instantanée dans les trois dimensions. Généralement pour des aciers IF n est proche de 2,5 [11, 61].

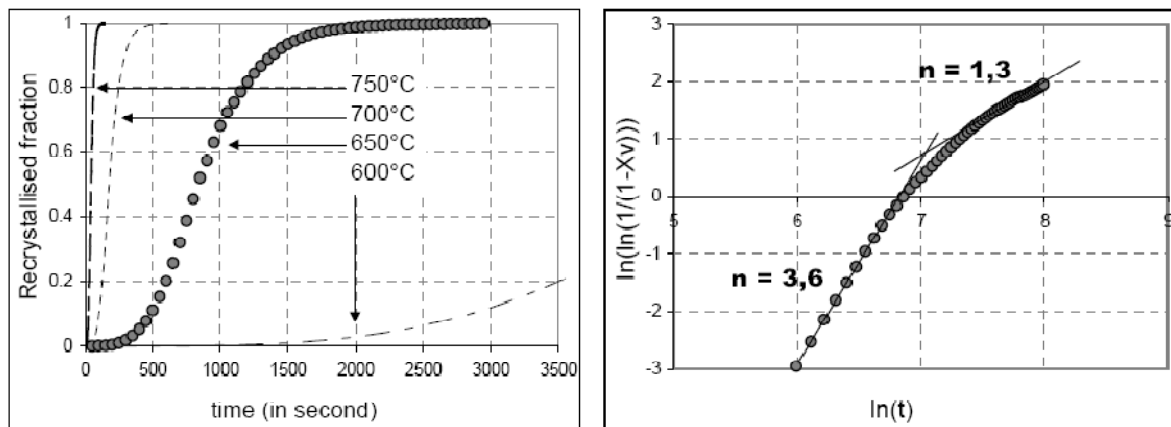


Figure 1.7.2 : Cinétiques de recristallisation et représentation JMAK pour des recuits isothermes à 650°C d'un acier IF [60]

Sur la Figure 1.7.2 une simulation de Réglé [60] indique une modification importante de ce coefficient n au cours de la recristallisation, vérifiant ainsi la description des cinétiques de recristallisation à deux vitesses.

1.8 Influence sur les propriétés mécaniques du matériau

Les propriétés anisotropes d'un matériau dépendent de la direction de sollicitation ou encore, de la façon dont le grain est orienté. Pendant le laminage à froid, les deux fibres se développent mais la fibre α reste plus marquée. En revanche, lors de la recristallisation, son intensité diminue et c'est la fibre γ qui devient la plus intense. Ceci est très important car c'est la garantie d'une bonne emboutissabilité de ces aciers.

La formation d'une texture γ est favorisée par une faible teneur en Carbone, une taille initiale de grain inférieure à $65\mu\text{m}$, un recuit base (très lent) ainsi que l'augmentation du taux de réduction de section par laminage.

Le coefficient d'anisotropie, r , encore appelé coefficient de Lankford, se mesure au cours de l'essai de traction :

$$r = \frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_3}$$

avec ε_2 et ε_3 les déformations en largeur et en épaisseur dans la partie utile de l'éprouvette de traction.

Le coefficient r représente ainsi la résistance de la tôle à l'amincissement. Si la déformation a lieu majoritairement en largeur, alors r aura une valeur élevée (entre 2 et 3) et à l'inverse, si la déformation du métal se fait majoritairement dans l'épaisseur, le coefficient d'anisotropie sera faible (de 0,5 à 1,5). Pour des tôles à chaud r est de l'ordre de 1.

Le titane ayant de fortes affinités avec le carbone et l'azote, son ajout permet le ralentissement des cinétiques de recristallisation des aciers. En effet, les précipités formés, très fins, exercent une force de freinage sur les joints de grain de grands angles et retardent leur migration. Les aciers sans interstitiels, stabilisés au titane, avec une fibre γ uniforme et intense, présentent des coefficients de Lankford élevés.

Les résultats de Martinez [45] montrent que le rapport des orientations $\{111\}/\{100\}$ augmente énormément entre 70% et 90% de réduction de section et conduit à l'augmentation de r et l'obtention de $\Delta r \approx 0$, soit une optimisation de l'emboutissabilité de l'IF-Ti considéré. Toutefois, une très forte déformation conduit parfois à la formation d'une fibre γ non uniforme et une forte intensité de texture en $\{411\} \langle 148 \rangle$ qui ne permet pas l'amélioration de l'emboutissabilité [62].

D'autre part, si la recristallisation est incomplète, on observe une dégradation des propriétés mécaniques, notamment une perte de ductilité à la fin du recuit de 1% pour 1% de fraction non recristallisée [63]. Pour évaluer les propriétés mécaniques des matériaux, il est donc très important de pouvoir prévoir les cinétiques de recristallisation, les textures et les tailles de grain.

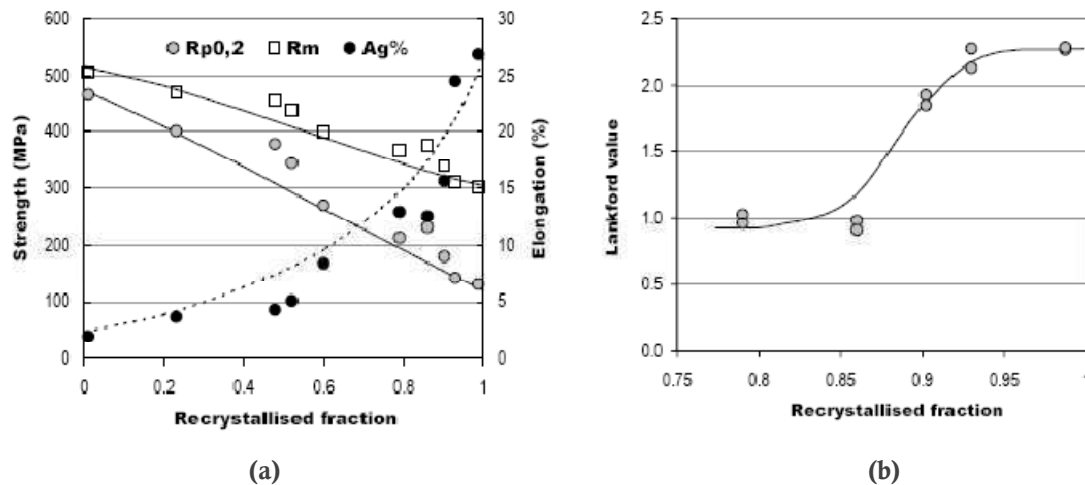


Figure 1.8.1 : Evolution des propriétés mécaniques mesurées par des essais de traction sur un Ti-IF en fonction de sa fraction recrystallisée [63] - (a) $R_{p0,2}$, R_m et l'élongation - (b) le coefficient de Lankford mesuré dans la direction longitudinale

1.9 Modélisation de la recrystallisation

Différentes approches existent pour modéliser la recrystallisation mais seules certaines méthodes permettent la prévision des textures cristallographiques. Si les modèles actuels permettent d'expliquer les textures observées expérimentalement, ils ne parviennent pas à les quantifier. Nous nous attacherons dans cette partie à déterminer quels sont les paramètres d'entrée nécessaires à la modélisation de la recrystallisation.

Les principaux modèles utilisés, modèles de Monte Carlo, les automates cellulaires, vertex, ainsi que les modèles statistiques ou modèles JMAK sont rappelés brièvement.

Monte carlo

Les modèles de type Monte Carlo sont basés sur un concept de minimisation d'énergie globale. A partir d'une représentation discrète de la microstructure, ces modèles semblent bien adaptés pour prédire l'évolution des microstructures comme la croissance de grains très allongés observés expérimentalement aux premiers stades de la recrystallisation [64]. En revanche la prédiction des textures est souvent assez éloignée des résultats expérimentaux, notamment en termes d'intensités.

Vertex

Comme les modèles de Monte Carlo, les Vertex sont basés sur la minimisation de l'énergie totale. L'intérêt majeur de ces derniers est la considération des forces agissant aux points triples. On peut également introduire une courbure de joints de grains. A chaque pas de temps on obtient une configuration nouvelle des joints de grains. Piekos [65] a introduit des algorithmes typiques de Monte Carlo dans un modèle vertex permettant une modification aléatoire de la microstructure

acceptée selon une probabilité dépendante du facteur de Boltzmann. Ce modèle estime correctement les textures de recristallisation de polycristaux de cuivre laminé à 70% et 90%.

Automates cellulaires

Ce sont des algorithmes qui décrivent une évolution spatiale et temporelle discrète de systèmes complexes en appliquant des lois locales de transformation. La microstructure est représentée par différents éléments de volume avec un jeu de variables internes pour chacun de ces éléments [66].

Modèles statistiques

Les modèles statistiques combinent une évolution de la cinétique de recristallisation de type JMAK avec celle de la microstructure. La texture est discrétisée par un jeu d'orientations puis elle évolue selon des lois de germination et de mobilité des interfaces qui sont fonctions des orientations et des désorientations [60, 67].

1.9.1 La germination

Afin de mettre en évidence l'importance de la germination dans la genèse des textures de recristallisation, plusieurs types de germination sont généralement testés dans les modèles :

- aléatoire ;
- dans les bandes de cisaillement ;
- dans les sites de fortes désorientations et de forte énergie stockée ;
- dans les sites de fortes désorientations et de faible énergie stockée (germes préexistants dans la matrice déformée).

Sébald [49], en prenant l'hypothèse qu'à $t=0$ tous les germes existent, trouve une texture contrôlée par l'énergie stockée dans le cas de joints de grains de faible angle. En revanche, pour les joints de grain d'angles plus élevés, l'énergie stockée est négligeable et le phénomène de croissance orientée est dominant.

On peut rapprocher ce résultat de celui de Samet [68] qui, avec un modèle de Monte Carlo, prédit les cinétiques et les microstructures de recristallisation les plus proches de celles observées expérimentalement avec l'hypothèse de germination dans les sites très désorientés de faible énergie stockée (cas d'un acier peu déformé).

1.9.2 La croissance

La loi qui gouverne la recristallisation dans les modèles est celle qui décrit la vitesse des joints de grains :

$$V = M.P$$

M étant la mobilité des joints de grain et P la pression exercée sur ce joint.

Dans le modèle de recristallisation TexReX [60], le fait que les germes se développent dans un premier temps dans leur grain parent est pris en considération. C'est le phénomène de croissance locale. Les nouveaux grains consomment leur voisinage immédiat, d'énergie stockée élevée. Lorsque les germes touchent les joints de grain voisins, ils commencent à se développer dans les grains déformés voisins. C'est l'étape de croissance moyenne. Ceci marque l'hétérogénéité du procédé de recristallisation avec, pour conséquence, une cinétique de recristallisation plus rapide au début du processus qu'à la fin, où seulement les grains de basses énergies stockées restent dans la matrice déformée.

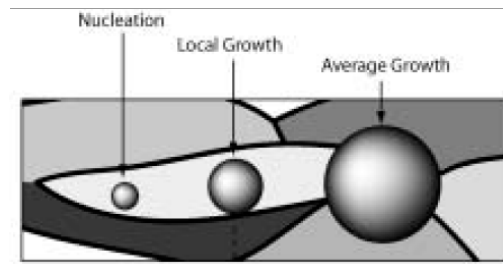


Figure 1.9.1 : Description schématique du processus de la recristallisation utilisé dans TexReX [60]

1.9.3 Energie et mobilité des joints de grains

Pour décrire la variation de l'énergie de joint de grain (E_{GB}), les modèles utilisent généralement une loi de Read-Shockley pour les désorientations inférieures à une désorientation maximale (θ_m) telle que :

- $E_{GB} = E_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right)$ pour $0 < \theta < \theta_m$
- $E_{GB} = E_m$ lorsque $\theta > \theta_m$.

La mobilité d'un joint de grain est toujours exprimée en fonction de l'orientation de ses deux grains adjacents. On distingue généralement trois classes de joints de grain dans les modèles [68,69] de mobilité très différentes :

- de faible angle (LAGB pour Low Angle Grain Boundary), généralement immobiles;
- de grand angle (HAGB pour High Angle Grain Boundary), souvent de mobilité fixée à 20% de la mobilité maximale;
- particuliers, comme les joints désorientés de 40° par rapport à $\langle 111 \rangle$, de mobilité maximale.

Des mesures de mobilité de cent à mille fois supérieures à celles des joints de faible angle ont été mesurées pour les joints de grand angle [26]. L'angle critique qui sépare les deux classes de joints est souvent fixé à 15° . Ceci correspond à l'angle limite pour lequel il n'est plus possible de discerner les dislocations qui forment le joint.

SYNTHESE BIBLIOGRAPHIQUE

Pour modéliser le comportement mécanique et l'évolution des textures cristallographiques des aciers bas carbone, la prise en compte de l'anisotropie est primordiale.

Les hétérogénéités de déformation, présentes après l'étape de laminage à froid, influent fortement sur les cinétiques et textures de recristallisation. Lors d'une étude de la recristallisation de ces aciers il est alors nécessaire de caractériser et de quantifier ces hétérogénéités.

L'utilisation d'un modèle de déformation capable de prédire des comportements mécaniques qui diffèrent selon les orientations cristallographiques paraît également primordiale.

Chapitre 2

Techniques expérimentales

2.1 Mesures des textures cristallographiques

L'analyse d'une texture est la détermination de la distribution d'orientations des grains d'un matériau polycristallin. Les deux techniques utilisées pendant cette étude sont la diffraction des rayons X (DRX) : mesure globale sur une surface importante de l'échantillon, toujours sur DN ; et la diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD) : mesure locale, majoritairement sur DT, ceci dans le but de repérer d'éventuels gradients de texture dans l'épaisseur de la tôle.

2.1.1 Mesures par Diffraction des Rayons X (DRX)

Principe de la mesure

On étudie les variations d'intensité d'une famille de plans $\{hkl\}$ en fonction de l'orientation des grains. Pour un échantillon parfaitement isotrope cette intensité est constante, sinon les variations d'intensité sont proportionnelles au nombre de grains ayant une orientation donnée.

L'échantillon est placé en position θ - 2θ de diffraction pour une famille de plans $\{hkl\}$ donnée. La texture est obtenue en balayant les angles α et ψ et en mesurant l'intensité diffractée pour chaque position (α, ψ) . On reporte alors sur la figure de pôles la valeur correspondante pour chaque position.

Conditions expérimentales (mesures effectuées au LPMTM)

Les trois figures de pôles $\{110\}$, $\{200\}$, $\{211\}$ incomplètes sont mesurées à l'aide d'un goniomètre quatre cercles INEL muni d'une anticathode de Cobalt. Les mesures sont réalisées par pas de 5° en azimut et de $2,5^\circ$ en déclinaison, variant de 0 à 80° . Les figures de pôles obtenues sont ensuite corrigées du bruit de fond et de la défocalisation, puis normalisées.

Les échantillons sont découpés de façon à être suffisamment grands pour des mesures en laboratoire mais aussi en synchrotron ; leur dimension est donc de 30mm par 25mm. Ils sont polis jusqu'à mi-épaisseur sur la face de normale DN. On procède alors à un polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 4000 puis électrolytique à l'aide de la solution Struers A2 composée d'environ 70% d'éthanol, 10% de 2-butoxyéthanol, 5% d'acide perchlorique à 60% et 15% d'eau, associée à une tension de 40V, pendant 6s et un flux de 18 (sans dimension). Cette dernière étape sert à enlever la couche écrouie lors du polissage mécanique.

2.1.2 Mesures par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Principe de la mesure

Cette technique utilise la diffraction des électrons dans un microscope électronique à balayage (MEB). Elle permet la détermination de l'orientation locale de l'échantillon, en faisant diffracter des zones de quelques μm^3 . L'analyse de ces mesures est très riche, elle nous renseigne sur la texture bien sûr mais également sur la désorientation des grains correspondants, leur morphologie et la présence d'hétérogénéités locales.

Les électrons du faisceau incident sont diffusés inélastiquement dans un large domaine angulaire lorsqu'ils pénètrent dans le matériau. Ils sont ensuite diffractés par les plans cristallins qui se trouvent en position de Bragg. L'intersection des cônes de diffraction par un écran plan produit un ensemble de lignes, appelées bandes de Kikuchi. Les largeurs des bandes sont inversement proportionnelles aux distances interréticulaires des familles de plan. Ainsi, en connaissant la structure cristalline du matériau, la distance entre les bandes permet de remonter à l'orientation cristallographique de la zone analysée (Figure 2.1.1).

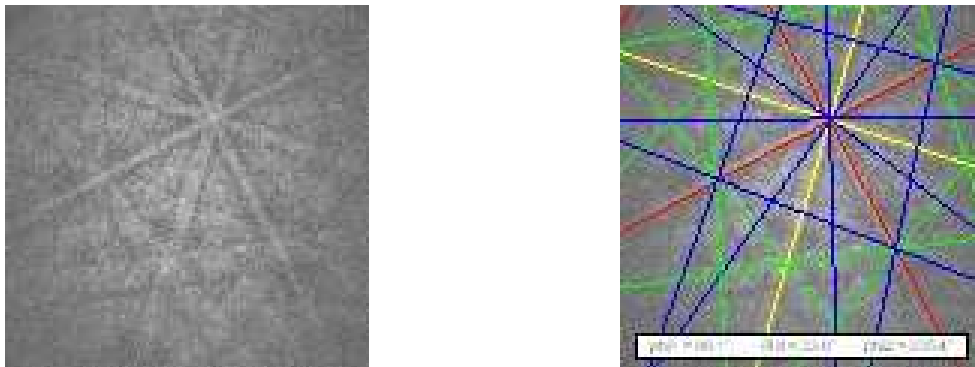


Figure 2.1.1 : Observation de diagrammes de Kikuchi et indexation automatique réalisée par TSL-OIM

Conditions expérimentales

Les échantillons mesurent 15mm selon DL et 10mm selon DN de façon à être facilement manipulés, notamment lors du polissage sur DT. On procède à un polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 4000 puis électrolytique à l'aide de la solution Struers A2 associée à une tension de 38V, pendant 11s et un flux de 20.

Les mesures sont réalisées dans un MEB Cambridge S360 (LPMTM) ou un MEB JEOL 6400 (ArcelorMittal), avec une tension de 25kV. L'échantillon est tilté de 70° à une distance de travail de 15mm. La résolution spatiale est de l'ordre du micron. Les diagrammes de diffraction sont recueillis sur un écran phosphorescent et enregistrés par une caméra placée juste derrière celui-ci. Après amplification et soustraction du bruit de fond, le diagramme peut être analysé.

Un logiciel d'indexation automatique (OIM, société TSL pour le LPMTM / Channel 5, de la société HKL pour ArcelorMittal) permet d'indexer les diagrammes en détectant les bandes de Kikuchi (méthode de la transformée de Hough) et en les comparant à celles existantes dans sa bibliothèque de bandes.

Le traitement des données

Les données ont été majoritairement analysées avec le logiciel HKL. Généralement, les cartographies obtenues doivent être "corrigées" afin de supprimer les pixels isolés mal indexés appelés "wild spikes" dans le logiciel. Une fonction permet le remplacement de ces pixels en leur attribuant l'orientation de leurs voisins. Cette correction peut s'effectuer à plusieurs niveaux, on commence toujours par remplacer les pixels qui n'ont qu'un seul voisin manquant, puis deux, mais jamais plus afin de limiter les erreurs d'indexation.

L'indice de qualité fréquemment utilisé pour représenter les cartographies obtenues est le "Band Contrast" (BC, avec HKL) ou "Quality Index" (IQ, avec OIM). Il est représentatif du contraste moyen entre les centres des bandes et le bruit de fond. Il est intéressant de remarquer que la qualité des diagrammes dépend fortement de l'état de déformation du matériau (régularité de la distance interréticulaire des plans diffractants).

Pour mesurer les tailles de grains, la méthode des intercepts a été utilisée, elle consiste à tracer des segments de droite selon deux directions, horizontale et verticale. On impose généralement 10° comme critère de désorientation pour définir un joint de grain mais on peut également choisir une valeur plus faible pour mesurer une taille de sous-joint. L'avantage majeur de cette méthode est la possibilité de mesurer des tailles en fonction d'une orientation précise définie préalablement dans un sous-ensemble de grains ou "subset".

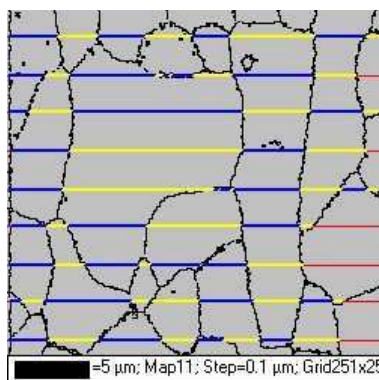


Figure 2.1.2 : Exemple de détermination d'une taille d'intercepts horizontaux, ici seuls les segments en bleu ou en jaune sont pris en compte, en rouge apparaissant les segments non contenus entièrement dans un grain (généralement le cas en bordure de scan)

2.2 Observations au Microscope Electronique en Transmission (MET)

Les observations ont été réalisées au LPMTM sur le JEOL JEM 2010, équipé d'un porte objet double-tilt, avec une tension d'accélération de 160kV.

La préparation des lames minces consiste en un polissage mécanique, jusqu'à obtenir une épaisseur inférieure à 70µm, en terminant par un papier de granulométrie 4000. Ensuite, un poinçonnage permet d'obtenir des disques de 3mm de diamètre. Pour observer les lames sur DT, cette étape est délicate car les tôles laminées font moins de 3mm d'épaisseur. Le méplat est toujours réalisé selon DL de sorte à retrouver aisément l'orientation macroscopique de la lame mince pendant son observation au MET.

Le polissage électrochimique avec une solution composée à 95% d'éther monobutyle et 5% d'acide perchlorique est réalisé à l'aide d'une unité de polissage Tenupol 3 (Struers) avec les conditions suivantes: 12°C, 40V, 0.25A et une sensibilité à 8 sur une échelle de 9. Cette étape a pour objectif l'amincissement de la lame en réalisant un trou en son centre.

2.3 Indexation automatique au MET

Les analyses EBSD classiques au MEB permettent de mettre en évidence des gradients d'orientation intragranulaires mais la résolution est toutefois limitée. La détermination de très faibles variations d'orientation entre cellules de quelques nanomètres d'épaisseurs devient possible avec la technique d'indexation automatique au MET. Deux systèmes d'indexation automatique ont été utilisés :

- **ACT** logiciel développé par David DINGLEY [13]. Une version test a été installée sur le JEOL du LPMTM qui permet de piloter les lentilles du MET (dans ce cas réglé à 200kV). Dans cette configuration le faisceau est tilté pour acquérir une succession de clichés en champ sombre afin de reconstruire le cliché de points. La version utilisée permet la reconstruction de la cartographie d'orientations uniquement en moyennant les zones analysées dont les clichés en champs sombres sont similaires (pour augmenter les chances d'indexation). Avec cette moyenne il est alors impossible de connaître les très faibles variations de désorientations au sein d'une cellule de dislocations ou d'un grain d'orientation stable. Les résultats obtenus ne sont pas présentés dans ce manuscrit.

- **ACOM** développé par Edgar RAUCH [12]. Deux matériaux ont été étudiés sur le JEOL du CMTC à Grenoble. Dans ce cas, le MET était également réglé à 200kV mais en mode nanoprobe de manière à acquérir directement les clichés de points (collectés via une caméra externe). L'indexation est ensuite réalisée en comparant les clichés de points obtenus avec une bibliothèque de clichés théoriques. Un indice est calculé pour estimer la « robustesse » de cette indexation en chaque pixel.

2.4 Mesures d'énergie stockée en fonction des orientations par DRX

2.4.1 Objectifs

Afin de mesurer des élargissements de raies dus à la présence de dislocations nous avons obtenu du temps de faisceau sur deux synchrotrons, le premier à Grenoble (ESRF) et le second à Daresbury (SRS, Royaume-Uni). L'objectif de ces expériences est l'obtention d'une valeur de l'énergie stockée en fonction du taux de déformation mais surtout selon certaines orientations. Pour cela deux approches un peu différentes ont été mises en œuvre. Dans la première session (ESRF) les raies ont été mesurées dans des orientations spécifiques tandis que dans la seconde (SRS) nous avons opté pour un découpage régulier de figure de pôle afin d'obtenir un "mapping" de l'énergie stockée.

2.4.2 Mesures au synchrotron de Grenoble (ESRF)

Les mesures ont été réalisées sur la ligne D2AM du synchrotron de Grenoble lors de deux sessions référencées 02-02-666 et 02-02-687. Cette ligne présentée Figure 2.4.1 est équipée d'un diffractomètre 7-cercles (Figure 2.4.2) et d'un détecteur ponctuel standard.

Un faisceau monochromatique de 20keV a été utilisé de sorte que la longueur d'atténuation soit de 50 μ m, plus large que la taille de grains des échantillons, même peu déformés (environ 15 μ m). De plus, la taille du faisceau a été sélectionnée à 1mm² de façon à scanner un grand nombre de grains simultanément.

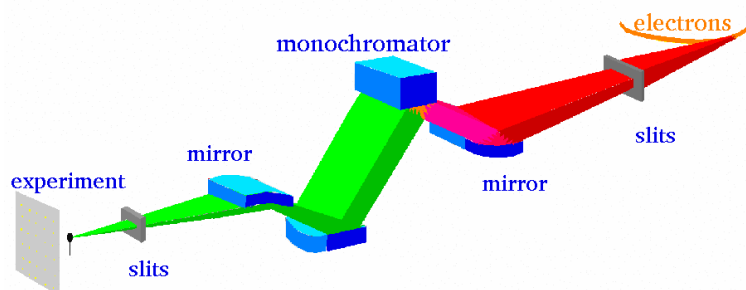


Figure 2.4.1 : Schéma de la ligne D2AM de l'ESRF

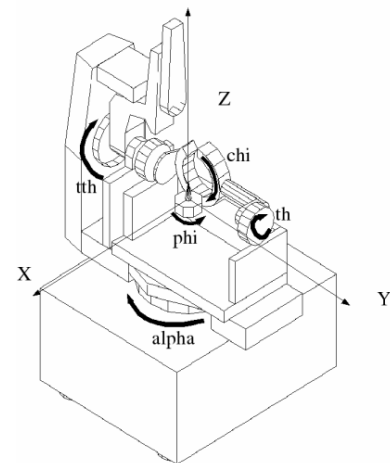


Figure 2.4.2 : Goniomètre 7-cercles

En début de session, une poudre de référence de CeO₂ nous a permis de caractériser la résolution du montage : les largeurs à mi-hauteur obtenues sont de l'ordre de 0.02° dans la gamme des 2 θ nous concernant. Ensuite, sur notre matériau les plans {110}, {200}, {211}, {310} et {400} ont été analysés. Pour chaque orientation étudiée, les positions des angles χ et φ utilisés pour chaque plan sont répertoriées dans le Tableau 2.4.1.

Pour chaque profil θ -2 θ mesuré, 310 points ont été acquis avec 10 points décrivant le pic lui-même et 300 points décrivant la décroissance d'intensité dans les queues de raies. Nous mesurons

ainsi 31 fois la largeur à mi-hauteur (FWHM) du pic, ce qui correspond, selon les raies à une variation en 2θ comprise entre $0,9^\circ$ et $2,9^\circ$. Avec ces considérations et un temps de comptage de 1s à 3s par point selon les plans analysés, le temps moyen d'acquisition pour un échantillon était de l'ordre de 12 heures.

Composantes de texture analysées		Raies analysées et valeurs des angles χ et φ en $^\circ$							
		{110}		{200}, {400}		{211}		{310}	
		χ	φ	χ	φ	χ	φ	χ	φ
Composantes de déformation	A {100}<110>	45	45	90	0	55	0	72	45
	B {112}<110>	35,26	0	54,74	0	90	0	31	-31
	C {111}<110>	55	0	35,26	0	70,53	0	32	-76
	F {111}<112>	55	-30	35,26	-90	70,53	-90	47	10
Composantes de recristallisation	D {554}<225>	51	-37	49	26	74,4	-90	41	-74
	E {223}<582>	44,4	73	47	18	37,5	28,4	32,7	2

Tableau 2.4.1 : Choix des composantes de texture analysées ainsi que leurs positions sur les différentes figures de pôles mesurées

2.4.3 Mesures au synchrotron de Daresbury (SRS)

A Daresbury, la ligne 16.3 du synchrotron nous a été attribuée pour 5 jours de faisceau, expérience 47032. De la même manière qu'à Grenoble, nous avons travaillé avec un faisceau monochromatique de 20keV et un détecteur ponctuel standard. Un cristal analyseur de germanium a été utilisé afin d'obtenir une résolution angulaire de $0,02^\circ$. De plus on voit sur la Figure 2.4.3 qu'un analyseur permet sur ce montage de réduire considérablement l'élargissement des raies dû au tilt de l'échantillon (gap marqué par une flèche sur le graphique lorsque χ change de valeur.

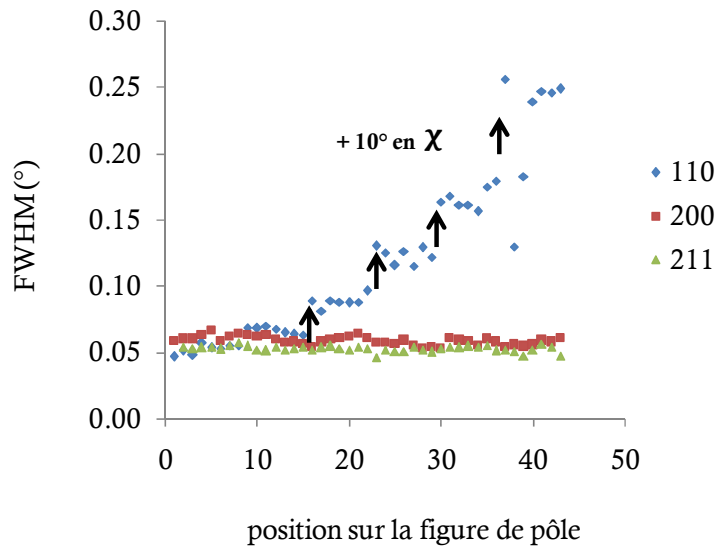


Figure 2.4.3 : Largeurs à mi-hauteurs mesurées sur l'échantillon déformé de 29%, la raie (110) est mesurée sans analyseur au contraire des raies (200) et (211)

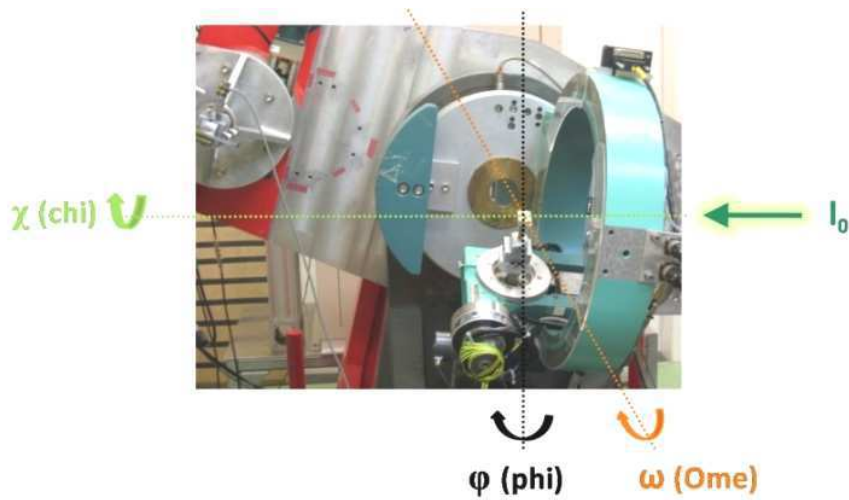


Figure 2.4.4 : Échantillon sur un axe ϕ monté sur un cercle χ qui tourne autour d'un axe ω

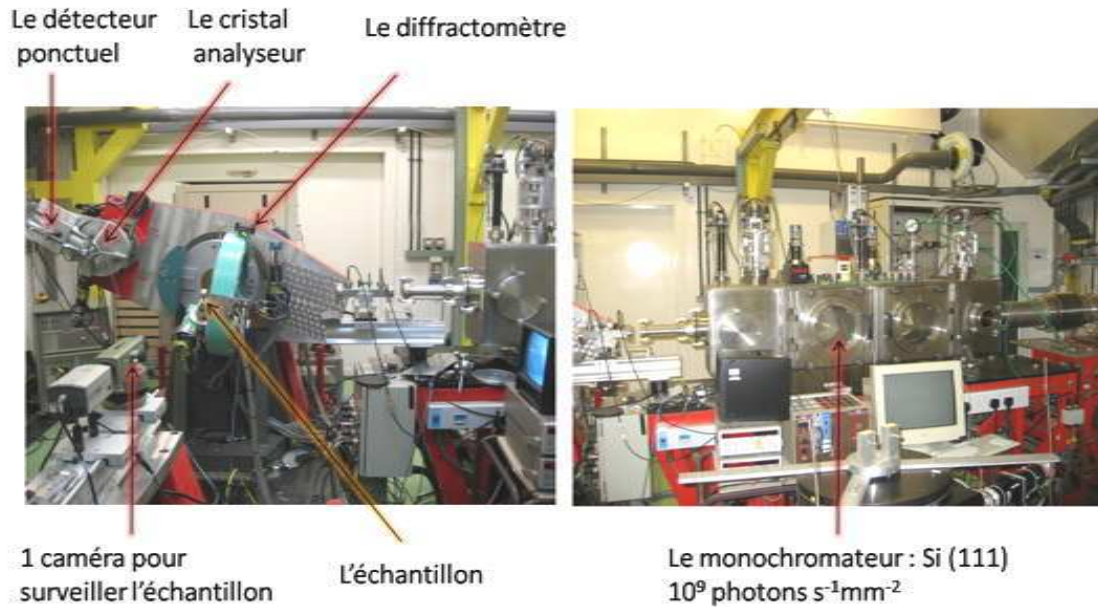


Figure 2.4.5 : Photos de la ligne 16.3 du synchrotron de Daresbury

Seuls les plans $\{110\}$, $\{220\}$, et $\{211\}$ ont été analysés à l'aide d'un découpage régulier : tous les 10° en χ (de 0 à 70° en partant du centre de la figure de pôle) et tous les 15° en φ (de 0 à 90°) soit 43 mesures par figure de pôle. Pour les plans $\{220\}$ et $\{211\}$, l'intensité des pics étant plus faible, un temps de comptage plus élevé fut nécessaire (2s ou 3s au lieu de 1s pour $\{110\}$). La durée moyenne de ces mesures était alors de 17 heures par échantillon.

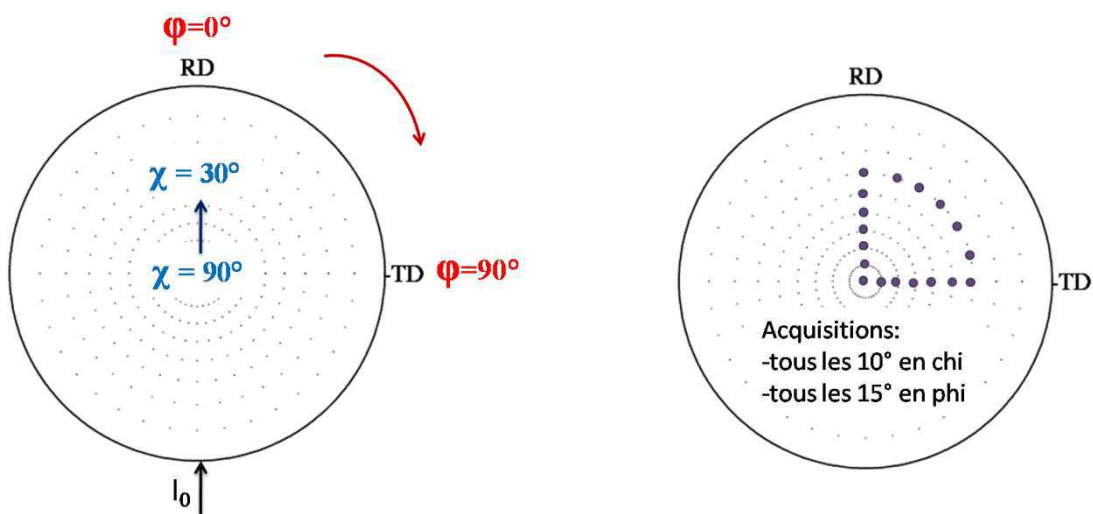


Figure 2.4.6 : Découpage régulier des figures de pôles

2.4.4 Traitement des données

Obtention de la densité de dislocation mesurée

Les données brutes sont bruitées et sont en réalité une convolution de la réponse du matériau par la réponse instrumentale. Il est donc important de connaître la réponse instrumentale du dispositif utilisé. Toutefois avec les rayonnements synchrotrons, les raies obtenues sur des échantillons de référence sont très fines, la réponse instrumentale est très inférieure à celle de notre matériau et peut être négligée comme illustré Figure 2.4.7.

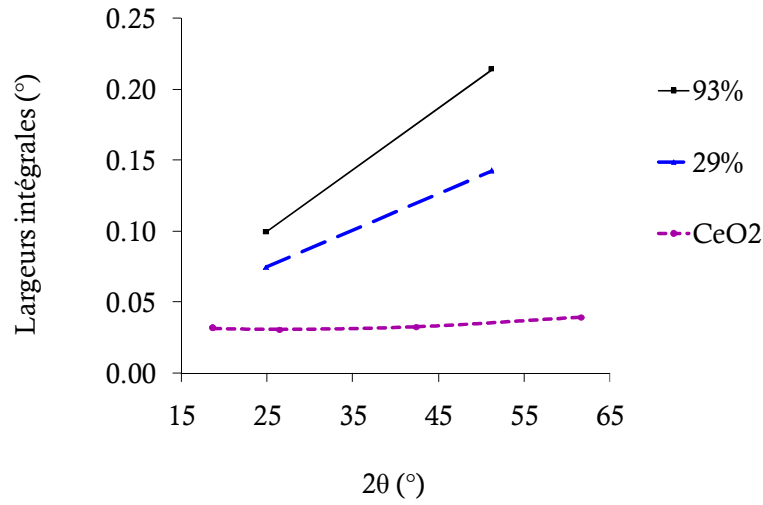


Figure 2.4.7 : Largeurs intégrales des échantillons les moins (29%) et plus laminés (93%) en comparaison avec celle de la poudre de référence utilisée CeO₂

Le traitement de l'ensemble des données est réalisé à l'aide de deux logiciels développés au LPMTM par Olivier Castelnau :

- Le logiciel « PIC » est utilisé dans un premier temps afin de corriger les pics du bruit de fond (soustraction d'un certain niveau d'intensité sur l'ensemble de la raie), et de mesurer leurs caractéristiques : centre de gravité et largeurs à mi-hauteur et intégrale par un calcul de la transformée de Fourier.
- Ensuite le logiciel « IDENTIF » permet de décorréler les effets de taille et de distorsion en appliquant la méthode de Warren Averbach modifiée (mWA) décrite par Ungar and Borbely [70] et souvent utilisée dans la littérature.

La transformée de Fourier $A(n)$ de la ligne de diffraction $I(K)$ est donnée, pour des valeurs peu élevées du paramètre de Fourier L (correspondant à une longueur physique du cristal), par

$$\ln|A(L)| = \ln|A^s(L)| - \frac{\pi b^2}{2} \rho L^2 \ln\left(\frac{R_e}{L}\right) K^2 \bar{C} + O(K^4 \bar{C}^2). \quad (1)$$

K est le vecteur de diffraction ($K = 2 \sin \theta / \lambda$, avec λ la longueur d'onde), ρ la densité de dislocations, R_e le rayon de coupure des dislocations ($R_e \approx 1 / \sqrt{\rho}$) et le coefficient \bar{C} , sans dimension, le facteur de contraste moyen, décrit au paragraphe suivant. Le premier terme de l'équation, A^s , décrit l'élargissement dû à la petite taille des sous-grains diffractant. Il est important essentiellement lorsque les domaines diffractant sont inférieurs à 100nm. On peut l'identifier à partir de deux raies multiples (par exemple $\{h\ k\ 1\}$ et $\{2h\ 2k\ 2l\}$ mesurées pour le même vecteur de diffraction.

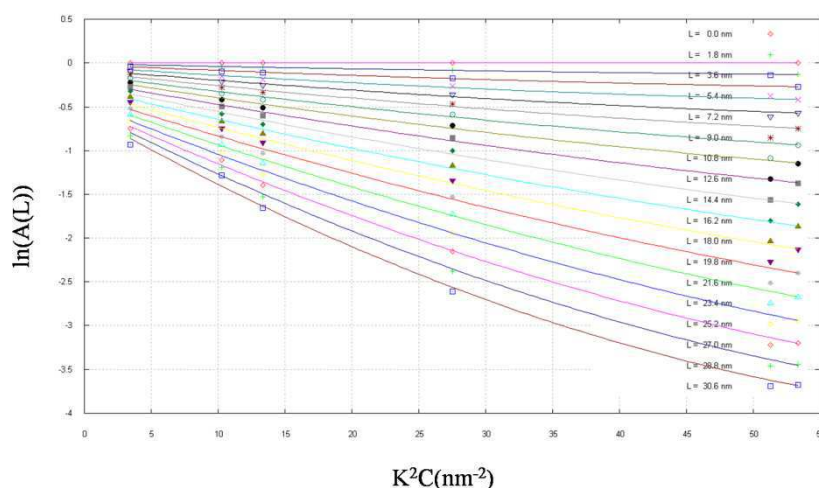


Figure 2.4.8 : Application de la méthode mWA sur l'échantillon 61D (61% de réduction) pour l'orientation B $\{112\}\langle 110 \rangle$ – l'équation (1) fonctionne bien avec la transformée de Fourier des plans $\{110\}$, $\{211\}$, $\{200\}$, $\{310\}$ et $\{400\}$ jusque $L=30\text{nm}$

Contraste de dislocations, facteur géométrique

L'élargissement d'un profil ne dépend que des composantes parallèles au vecteur de diffraction g des déplacements atomiques induits par les dislocations. La densité de dislocations mesurée directement à partir du profil ρ^* doit alors être corrigée. La densité de dislocation ρ réelle est exprimée comme suit : $\rho = C\rho^*$ avec C le facteur de contraste. Le matériau présentant à la fois des dislocations coins et vis, nous avons choisis d'utiliser des facteurs de dislocations moyens, calculés à partir du logiciel « ANIZC » en ligne à l'adresse <http://metal.elte.hu/anizc> [70].

Réflexion	$\{110\}$	$\{200\}, \{400\}$	$\{211\}$	$\{310\}$
C_m	0,141	0,274	0,141	0,226

Tableau 2.4.2 : Facteurs de contraste moyens considérés (tous les systèmes sont considérés également peuplés avec autant de dislocations vis que coin)

Comparaison des largeurs de raies mesurées sur les deux synchrotrons

Sur un échantillon laminé à 76%, étudié lors des deux campagnes d'essais en synchrotron, il est intéressant de comparer les largeurs de raies obtenues à l'ESRF d'une part et au SRS d'autre part pour des raies de diffraction identiques. Ceci est reporté dans le Tableau 2.4.3. En moyenne un écart de $0,007^\circ$ est observé, soit 10% d'écart entre les deux expériences (largeur moyenne de ces raies de $0,07^\circ$).

Plan diffractant	Angles χ, φ ($^\circ$)	Synchrotron	IB ($^\circ$)	FWHM ($^\circ$)
(200)	90, 0	ESRF	7,87E-02	6,04E-02
		SRS	8,94E-02	6,75E-02
(211)	90, 0	ESRF	7,81E-02	5,91E-02
		SRS	8,65E-02	6,46E-02
(211)	70, 0	ESRF	8,09E-02	5,96E-02
		SRS	8,64E-02	6,32E-02

Tableau 2.4.3 : Comparaison des largeurs de raies de l'échantillon laminé à 76% mesurées sur les deux synchrotrons

Construction d'une figure de pôle d'énergie stockée

Trois familles de plans ont été mesurées $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ au synchrotron avec un découpage régulier. Pour calculer une Fonction de Distribution de l'Énergie Stockée ou EsDF deux informations différentes en chaque point du découpage sont nécessaires :

- $f(g)$, la texture du matériau, mesurée au laboratoire de façon plus précise (découpage plus fin de la figure de pôle, 5° par 5°) : on associe en chaque point i la valeur de la largeur intégrale de la raie mesurée IB_i ;
- $f(g) \times E(g)$: en chaque point de mesure M_i , on associe la valeur de $IB_i \times \left(\frac{\Delta d}{d}\right)_{M_i}^2$ avec $\frac{\Delta d}{d}$ l'élargissement des raies dû à la distorsion de réseau.

Ce calcul est détaillé ci-dessous.

Lorsque l'on néglige la réponse instrumentale sur l'élargissement on a la relation suivante :

$$\frac{\Delta d}{d} = \frac{(FWHM)}{2 \times \tan(\theta_B)}$$

avec θ_B l'angle de Bragg de la famille $\{hkl\}$ considérée et FWHM la largeur à mi-hauteur.

Les distributions de $[f(g) \times E(g)]$ et de $f(g)$ sont alors normalisées. La distribution de l'énergie est obtenue par division de $[f(g) \times E(g)]$ par $f(g)$. Afin de ne pas surestimer l'énergie dans les composantes mineures de texture (division par $f(g)$ très faible), on impose $E(g)=0$ si $f(g)<1$.

Une illustration de distributions de $f(g)$, $f(g) \times E(g)$ et de $E(g)$ est donnée Figure 2.4.9 pour l'échantillon laminé à 61%.

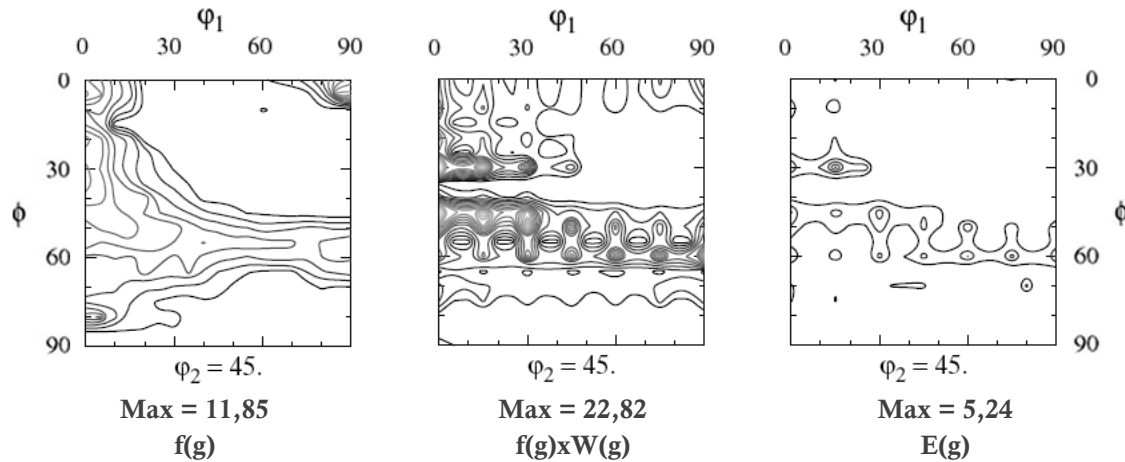


Figure 2.4.9 : Illustration avec un échantillon laminé à 61%, coupes à $\varphi_2=45^\circ$ dans l'espace d'Euler de la texture du matériau $f(g)$; du produit $f(g) \times W(g)$ obtenu par Labotex® software ; de l'énergie $E(g)$

Comparaison des deux types de résultats

Afin de comparer les deux évaluations différentes de l'énergie stockée, les valeurs issues de l'EsDF sont extraites pour les composantes de texture analysée dans la première expérience. Une fonction de distribution des FWHM à l'aide d'une gaussienne de 10° est déterminée pour chaque composante de texture.

2.5 Mesures d'énergie stockée par nano-indentation

La nano-indentation permet d'accéder à la dureté vraie du matériau et ceci dans des zones extrêmement réduites, de l'ordre d'une centaine de nanomètres. Dans des matériaux à gros grains, on peut ainsi accéder aux valeurs de duretés par grain, ou par orientation si la statistique le permet.

Le nano-indenteur fonctionne à l'aide d'un électro-aimant permettant d'appliquer de très petits déplacements. On mesure la réponse du matériau en fonction de l'enfoncement de l'indenteur par cycle (charge et décharge). A partir des valeurs de charge P et de déplacement h , on accède à la rigidité mécanique en décharge S avec $S = dP/dh$ et qui peut être définie comme la pente de la courbe de décharge comme illustré sur la Figure 2.5.1.

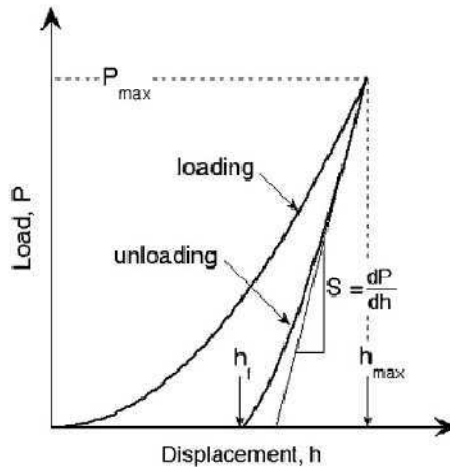


Figure 2.5.1 : Courbe de nano-indentation théorique [71]

Le processus de déchargement permet également de relier S au module d'Young apparent du matériau E_{app} défini par (1) à l'aide de l'équation (2) :

$$\frac{1}{E_{app}} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (1)$$

$$S = \frac{2}{\sqrt{\pi}} E_{app} \sqrt{A_{contact}} \quad (2)$$

ν_i = coefficient de Poisson de l'indenteur ; $A_{contact}$ = aire de contact entre l'indenteur et le matériau ; E_i = module d'Young.

Durant le stage de master de Benjamin Decreus au LTPCM en partenariat avec Arcelor des mesures de nano-indentation ont été réalisées sur un indenteur XP MTS. Seules les empreintes comprises entre 180nm et 220nm de profondeur ont été exploitées de façon à rester dans un seul grain. Ensuite un scan EBSD sur la zone indentée permet de remonter à l'orientation des grains étudiés. Un exemple de cartographie EBSD réalisée après la nano-indentation est donné dans la Figure 2.5.2.



Figure 2.5.2 : Cartographie EBSD réalisée après 29% de laminage révélant les indents avec un indice de qualité superposé à un code couleur pour les orientations cristallographiques

2.6 Suivi in-situ de la recristallisation (imagerie et EBSD)

La plupart des études microstructurales et texturales sont réalisées par recuit interrompu. En conséquence, pour chaque recuit on observe une région différente de l'échantillon. Il est alors impossible de suivre l'évolution de grains et a fortiori de joints de grains. Avec les expériences de recuit "in-situ" dans un MEB sur un échantillon pré-poli, la cinétique de recristallisation et l'évolution de la microstructure peuvent être reliées à l'orientation des grains déformés initiaux.

2.6.1 Expérience au LPMTM

Une machine de traction-compression in-situ à chaud pour le MEB a été développée au LPMTM par R. Chiron et J. Fryet [72, 73]. De faible encombrement cette machine permet une inclinaison dans la chambre du MEB jusque 70° pour réaliser les scans EBSD. Dans le cadre de cette thèse nous avons utilisé uniquement la machine de traction pour son dispositif de chauffage afin d'observer la recristallisation in-situ. Un échantillon poli sur DN de dimension 10mm x 7mm et d'épaisseur inférieure à 0,8mm est collé à la laque d'argent sur une éprouvette de traction (la direction de laminage de notre échantillon est alignée selon x dans le MEB). Des thermocouples permettent de connaître avec précision la température du four et de l'échantillon. Le chauffage s'accomplit par effet joule avec une vitesse comprise entre 0,5 et 3°C/s tandis que le refroidissement s'effectue à 2°C/s par arrêt du chauffage.

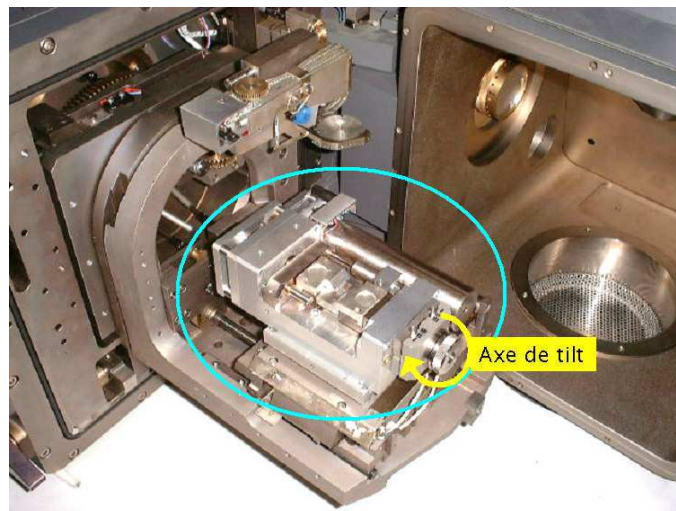


Figure 2.6.1 : Machine de traction in-situ utilisée dans le MEB au LPMTM [72, 73]

Lors des recuits in-situ nous avons gardé les réglages du microscope habituels : tension d'accélération de 25kV, courant de sonde de 10nA mais la distance de travail est de 30mm (encombrement du four). Sur ce microscope des images en électrons rétrodiffusés peuvent être obtenues jusque 800°C grâce à la présence d'une feuille de millard de $2\mu\text{m}$ d'épaisseur qui protège le détecteur des rayonnements thermiques.

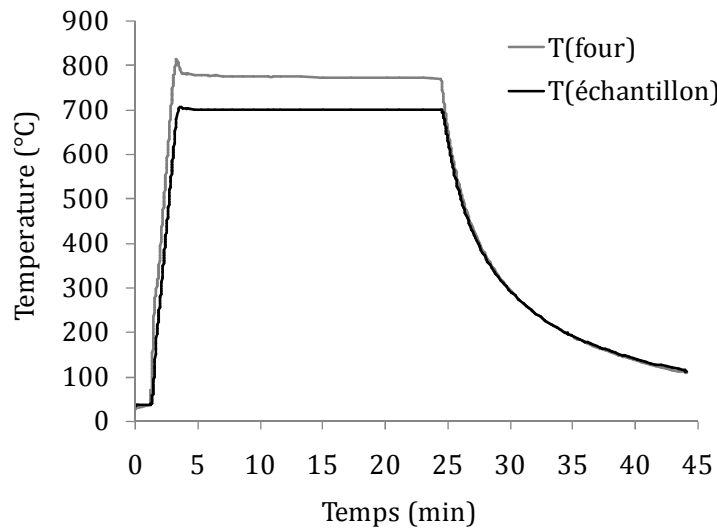


Figure 2.6.2 : Courbe de température réalisée sur l'échantillon 61-b, consigne four de 5°C/s jusque 700°C puis maintien à 700°C pendant 20min, refroidissement four coupé

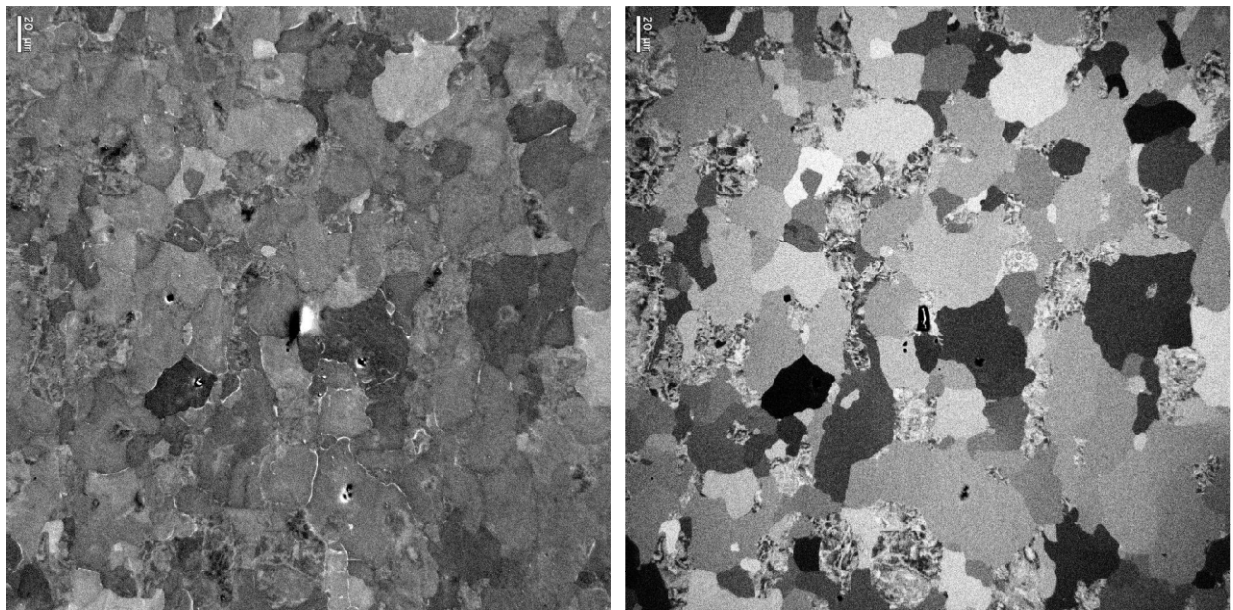


Figure 2.6.3 : Imagerie en électrons secondaires à gauche et en électrons rétrodiffusés à droite de l'échantillon 61b après recristallisation in-situ à un grandissement x250

Pendant le recuit, les acquisitions sont effectuées à un grandissement x400 en continu. Pour obtenir une image de moyenne résolution (600x600pixels²), il faut compter 5s mais le temps d'enregistrer l'image et de régler légèrement le microscope nous empêche d'obtenir plus de deux images en 20s. En effet, lorsque la température augmente, l'échantillon se dilate très légèrement et le détecteur rétrodiffusé est aveuglé. Il faut sans cesse augmenter le contraste et la brillance tout

en ramenant l'image initiale au centre de l'écran. Un exemple d'images obtenues est donné Figure 2.6.4. Ces images étant très bruitées, les détails de la microstructure sont difficilement analysables, elles nous permettent néanmoins de connaître quels sont les grains qui ont recristallisé en premier ou en dernier et de faire un lien par la suite avec leurs orientations cristallographiques grâce aux scans EBSD réalisés avant et après recuit (Figure 2.6.6).

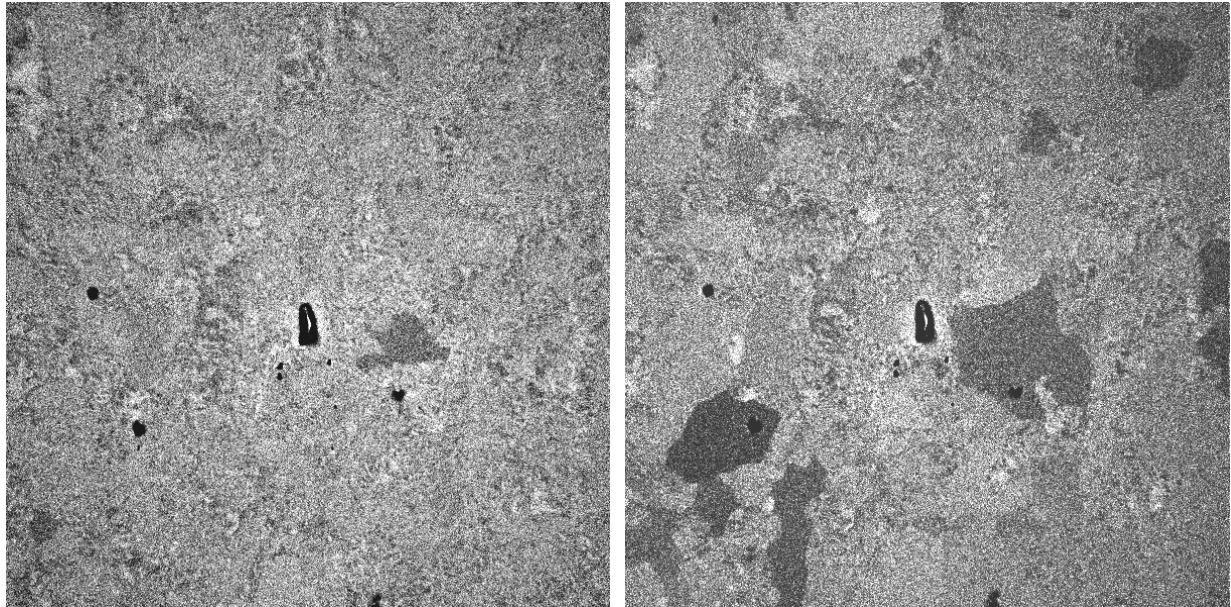
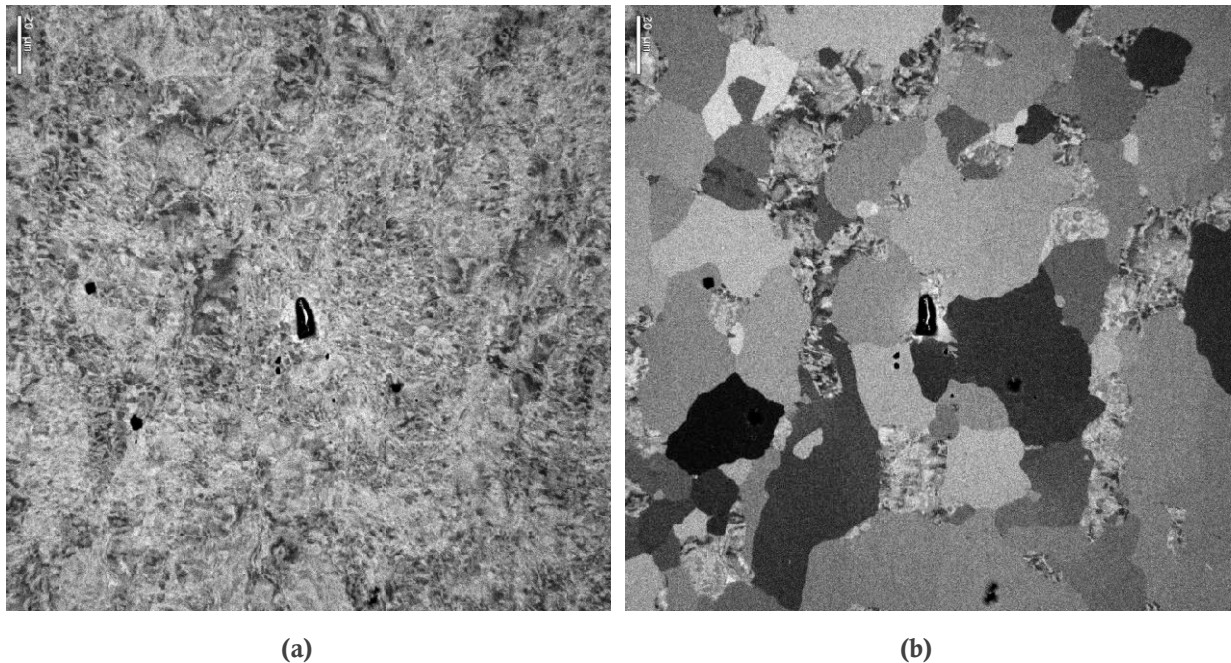


Figure 2.6.4 : Images obtenues en électrons rétrodiffusés au cours du maintien à 700°C



(a)

(b)

Figure 2.6.5 : Images en électrons rétrodiffusés (grandissement x400) de la zone suivie pendant le recuit, (a) l'état initial, (b) après recristallisation in-situ

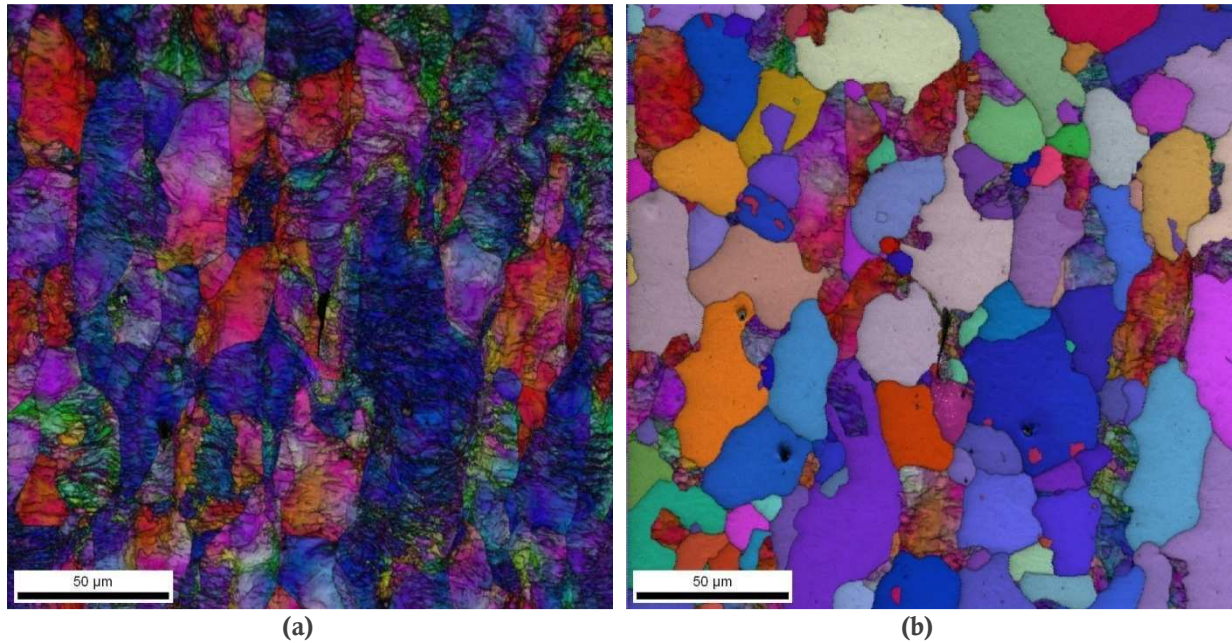


Figure 2.6.6 : Cartographies EBSD (200µm x 200µm) avant et après recuit in-situ de l'échantillon 61b :
(a) état initial, pas d'indexation de 0,4µm et (b) après recuit, pas d'indexation de 0,5µm

De ces expériences nous nous servirons essentiellement des images prises des états initial et final qui sont de bonne qualité (Figure 2.6.5) et des mesures EBSD qui ont l'énorme avantage d'être effectuées exactement sur la même zone de l'échantillon. En revanche, afin de suivre plus en détail la microstructure et notamment les nouveaux grains recristallisés un microscope dédié à ce type d'analyse est nécessaire.

2.6.2 Expérience sur un MEB-FEG à colonne inclinée

Cette expérience s'est déroulée à l'université de Liverpool (Department of Earth and Ocean Sciences) sur un MEB-FEG Camscan X500 dédié aux études EBSD à haute température via le logiciel HKL. La particularité de ce microscope est sa colonne inclinée à 70° qui permet le maintien en position horizontale de l'échantillon pendant l'acquisition EBSD. Les avantages de la colonne inclinée sont nombreux :

- peu de contrainte d'encombrement du four puisqu'il reste horizontal ;
- positionnement précis de l'échantillon ;
- déplacements dans le plan horizontal uniquement ;
- l'échantillon ne "glisse" pas (important s'il risque de fondre ou de se désagréger) ;
- séparation de la colonne en 2 domaines : le bas pour l'échantillon et le four ; le haut pour les détecteurs car les effets des radiations sont plus faibles.

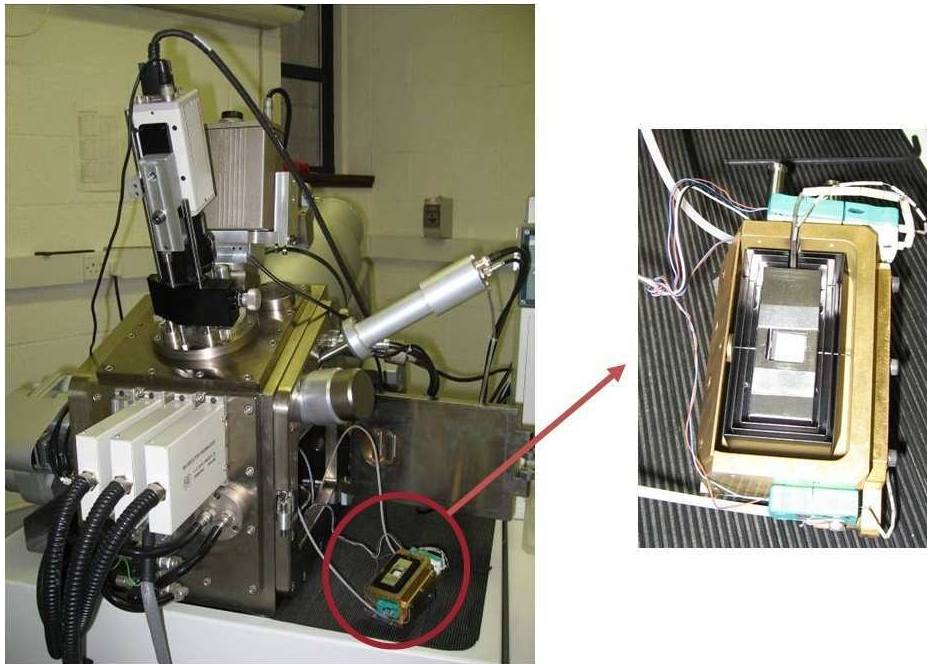


Figure 2.6.7 : Photographies du microscope Camscan X500 et du four Gatan utilisés

Un four commercialisé par Gatan se positionne aisément dans la chambre du microscope (Figure 2.6.7), une coupe de ce four est présentée Figure 2.6.9. Un pyromètre placé verticalement au-dessus de l'échantillon assure le contrôle de la température de façon qualitative. En effet des écarts importants entre deux expériences identiques ont été trouvés, des essais de dilatométrie ont donc été réalisés a posteriori pour recalculer la température réelle à partir des transformations de phase observées.

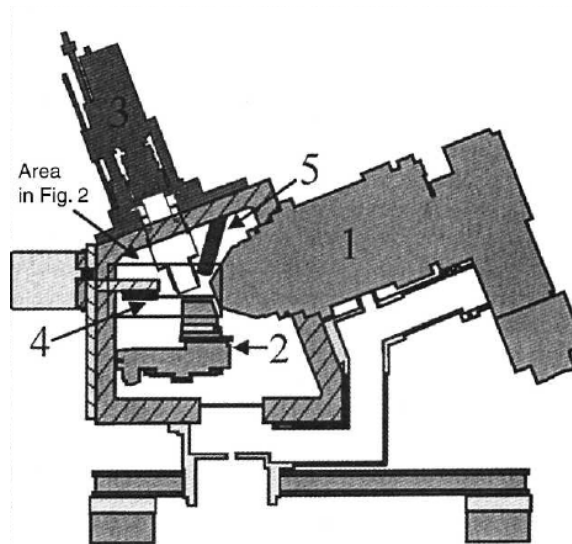


Figure 2.6.8 : Coupe schématique du microscope Camscan X500 [74]

(1) colonne FEG inclinée, (2) platine supportant le four, (3) caméra pour la diffraction des électrons rétrodiffusés et écran phosphore, (4) système de séparation de la chambre en 2 domaines

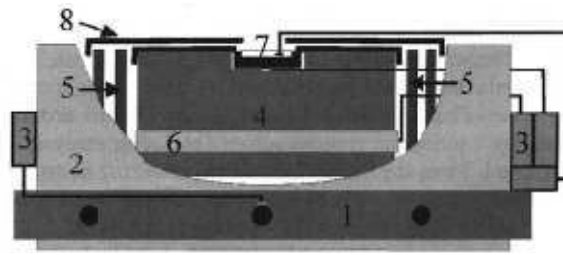


Figure 2.6.9 : Coupe schématique du four [74]

(1) circuit d'eau de refroidissement, (2) corps en laiton, (3) thermocouple, (4) bloc de graphite, (5) protections internes pour la température en tantale, (6) éléments de chauffage, (7) porte-échantillon en graphite, (8) protections de surface pour la température en tantale

Durant les cinq jours d'expériences qui nous étaient alloués nous avons essayé de suivre la recristallisation mais aussi la transformation de phase d'aciers IF laminés à 51%, 61% et 76%. Les échantillons, de 10mm de côté et d'épaisseur comprise entre 1mm et 2mm sont polis sur la face normale. Deux essais pour chaque taux ont été réalisés mais la première expérience nous servait surtout à repérer la température de recristallisation afin de diminuer la vitesse de chauffage juste à l'approche de cette température lors de la deuxième expérience. Lors d'un essai avec une vitesse de chauffage inférieure à 4°C/min, seul un marquage des joints a eu lieu puis la transformation de phase, mais la recristallisation n'a pas été observée. Il est donc primordial de ne pas trop réduire la vitesse de chauffage pour limiter la restauration de sorte qu'il reste suffisamment d'énergie dans le matériau pour initier la recristallisation.

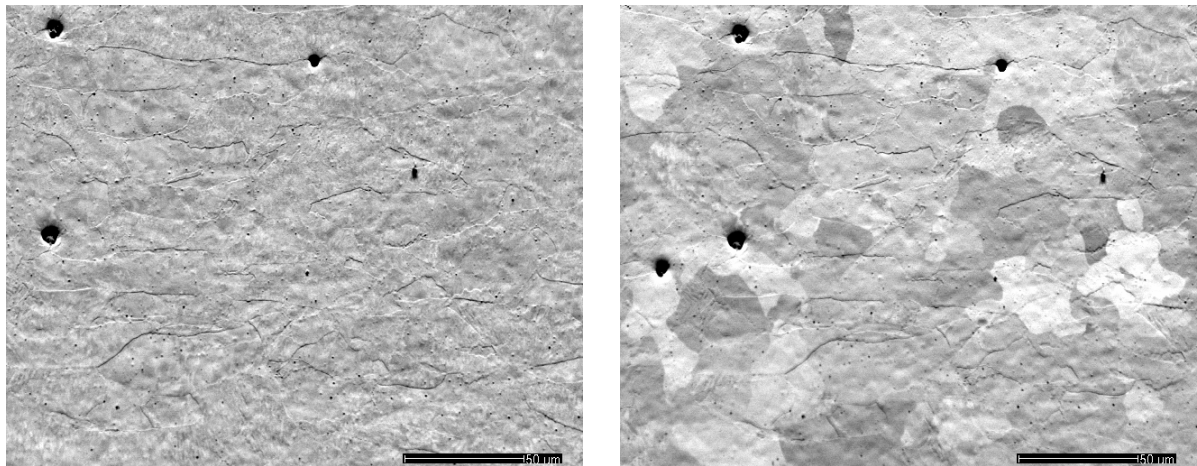


Figure 2.6.10 : Exemples d'images obtenues pendant le recuit, 1 image toutes les 6s

Comme précédemment la tension d'accélération est de 25kV et le courant de sonde de 10nA. Des scans EBSD ont été réalisés avant les recuits pour caractériser finement les microstructures déformées. Ensuite des images en électrons rétrodiffusés sont acquises toutes les 6s de façon automatique pendant le recuit (Figure 2.6.10). Ces images peuvent alors servir à la création d'un film ou être analysées pour étudier le mouvement des joints de grain au cours de la recristallisation (section 4.5.1).

2.7 Les mesures de désorientations

La désorientation permet de caractériser un joint de grain, une cellule ou un grain, et selon l'échelle d'étude voulue il existe différentes façons de la calculer. Nous rappelons ici quelques définitions sur ces différents calculs de désorientation.

Désorientation moyenne

C'est la moyenne de toutes les combinaisons de deux pixels voisins dans le grain considéré, également appelé GAM dans OIM pour Grain Average Misorientation.

Déviation

Lorsque l'on parle de déviation en un point il s'agit de la déviation entre un pixel et la désorientation moyenne du grain considéré. On peut également calculer la déviation d'un grain, dans ce cas c'est la désorientation entre l'orientation moyenne du grain et l'orientation de tous les autres pixels qui définissent le grain. Cette fonction est aussi appelée SGS pour Scalar Grain Spread.

Désorientation locale (Kernel pour OIM, Local pour HKL)

En chaque pixel on calcule la désorientation moyenne entre ce pixel et ses pixels voisins sans toutefois prendre en compte les désorientations supérieures à une certaine tolérance, typiquement 5° , pour ne pas comptabiliser les joints de grains dans le calcul. De même une attention particulière est à apporter au niveau du pas d'indexation, celui-ci influençant très fortement les résultats comme le montre la Figure 2.7.1. Cette figure a été obtenue en utilisant la fonction d'échantillonnage du logiciel HKL (Project Manager / Reduce highlight project) à partir d'une cartographie réalisée avec un pas d'indexation de $0,1\mu\text{m}$ sur un MEB-FEG (Figure 2.7.2). Cette fonction permet de simuler un pas d'indexation différent en fonction du facteur choisi. Par exemple, si l'on choisit un facteur d'échantillonnage égal à 2, le nombre total de pixels est divisé par 4, ce qui revient à doubler le pas d'indexation.

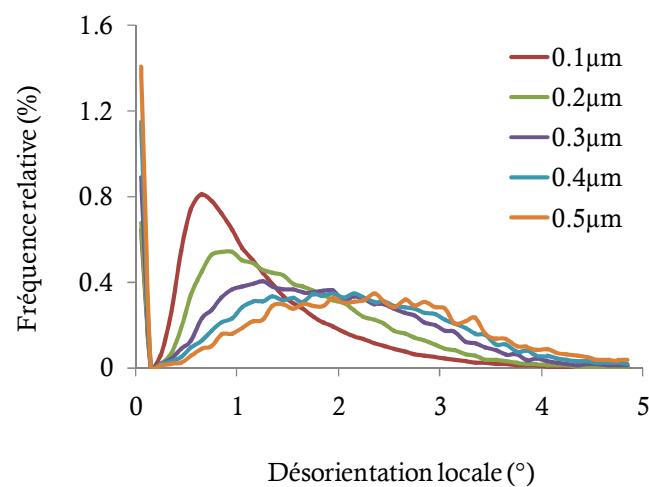


Figure 2.7.1 : Histogrammes de désorientations locales pour différents pas d'indexation de la cartographie EBSD présentée en Figure 2.7.2 d'un échantillon déformé à 91%

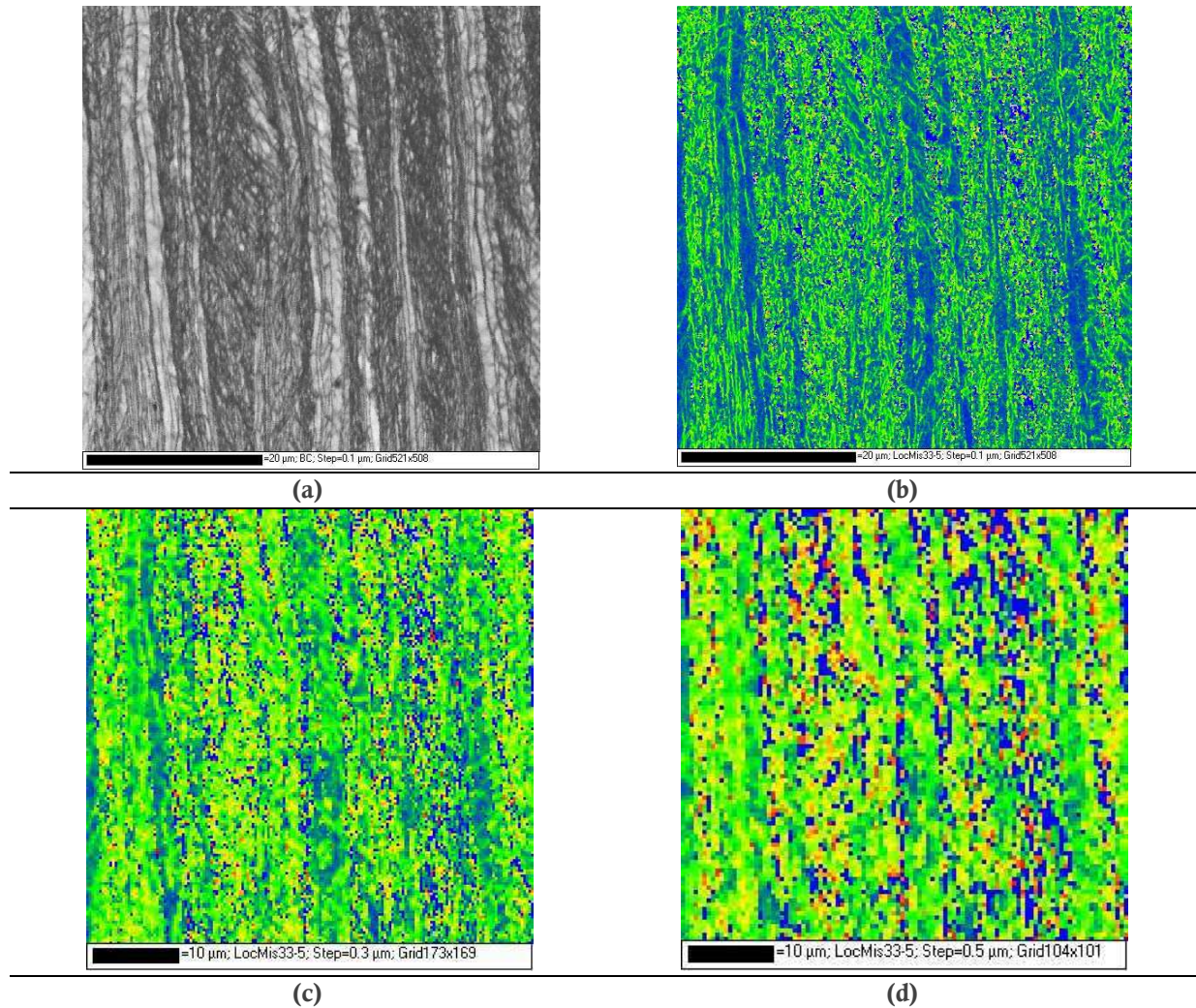


Figure 2.7.2 : Analyse des désorientations locales à partir d'un scan EBSD réalisé à l'aide d'un MEB-FEG sur un échantillon déformé à 91% - (a) Cartographie EBSD en indice de qualité - (b) Cartographie des désorientations locales avec un pas d'indexation de $0,1 \mu\text{m}$ - (c) après réduction du nombre de pixels de sorte que le pas d'indexation soit égal à $0,3 \mu\text{m}$ - (d) après réduction du nombre de pixels de sorte que le pas d'indexation soit égal à $0,5 \mu\text{m}$

Calcul de la fraction recristallisée par HKL

La première étape consiste en une reconstruction des grains à partir d'un critère de désorientation : un grain est alors la région fermée par un joint de grain de désorientation supérieure à cette valeur critique θ_{GB} . Dans notre étude, $\theta_{GB}=7,5^\circ$. Ensuite, pour chaque grain l'angle de désorientation moyenne est calculé. Si cet angle est supérieur à la valeur choisie pour définir un sous-grain (θ_c), alors le grain est classé comme "déformé". Certains grains sont composés de sous-grains de désorientation inférieure à θ_c mais leur désorientation entre sous-grains est supérieure à θ_c . Ces grains sont alors classés dans une catégorie "sous-structure" et les autres grains sont "recristallisés". On choisit ensuite de placer ces grains "sous-structure" dans les parties "déformé" ou "recristallisé" en modifiant θ_c comme illustré sur la Figure 2.7.3.

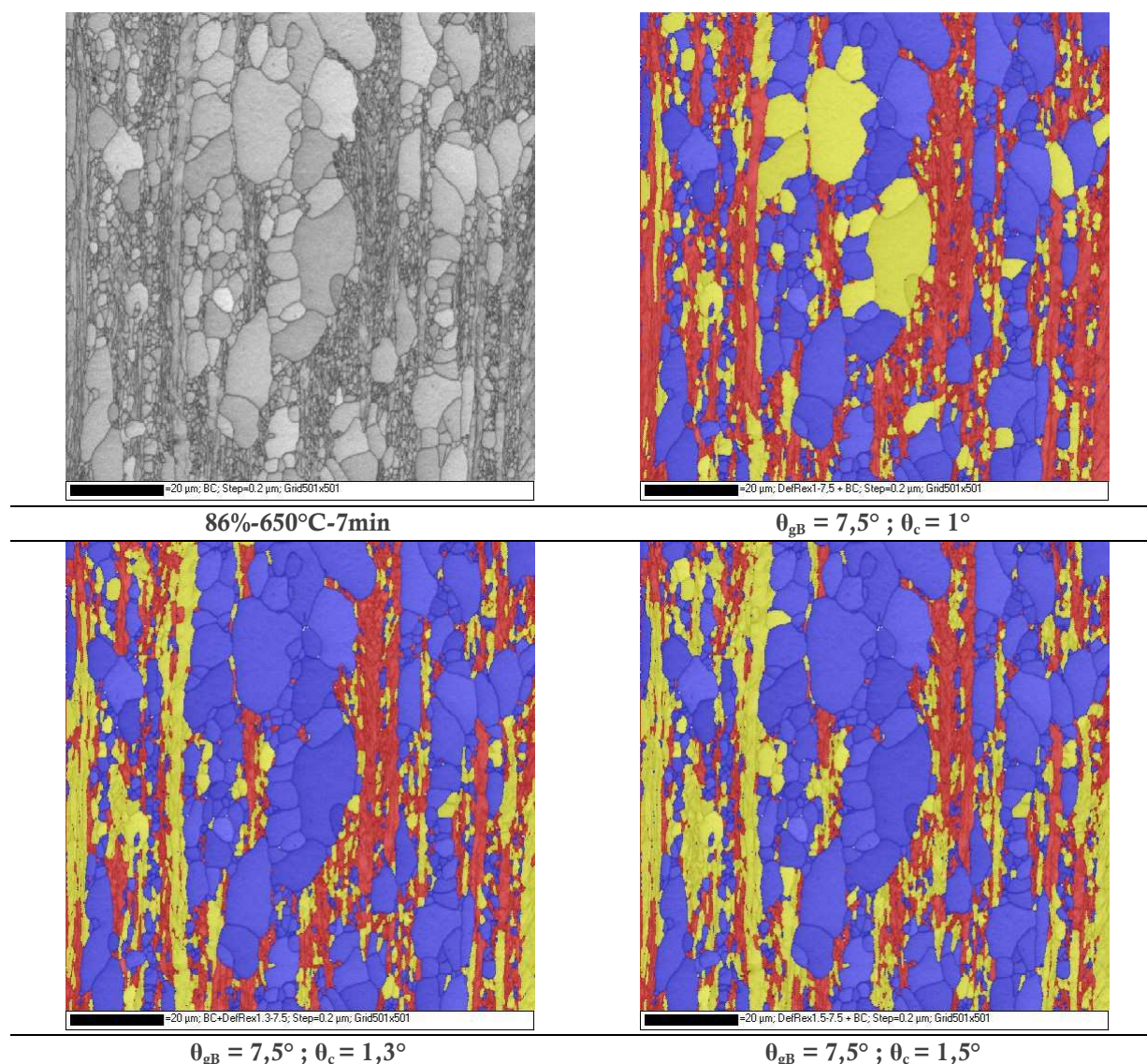


Figure 2.7.3 : Illustration à partir d'un échantillon déformé à 86% et recuit 6min à 650°C de l'importance du choix des critères de désorientation pour calculer la fraction recristallisée – en niveaux de gris les indices de qualité, en rouge les grains déformés, en bleu les recristallisés et en jaune la sous-structure que l'on peut classer entièrement dans la partie déformée avec un critère $\theta_c = 1,3^\circ$

Chapitre 3

Matériau et chemin thermomécanique

3.1 Composition chimique

Le matériau considéré dans l'étude est un acier sans interstitiel stabilisé au titane, communément désigné par IF-Ti. Les aciers IF (pour Interstitial Free) sont des aciers bas carbone dans lesquels les interstitiels sont piégés par des éléments d'alliage substitutionnels ayant une forte affinité avec le carbone comme le titane, le niobium ou le vanadium. Cet acier stabilisé au Titane a été élaboré par ARCELOR et livré à l'état de tôle à chaud. Sa composition chimique est donnée dans le Tableau 3.1.1.

C	Mn	S	Al	N	P	Cu	Ti	Nb
2.8	154.2	7.8	31	2.2	14.5	6.3	49.1	2.8

Tableau 3.1.1 : Composition chimique ($10^{-3}\%$ en poids)

Industriellement, le chemin thermomécanique présenté ci-dessous est réalisé. Les principales étapes : laminage à chaud, laminage à froid et recristallisation sont détaillées dans les sections suivantes.

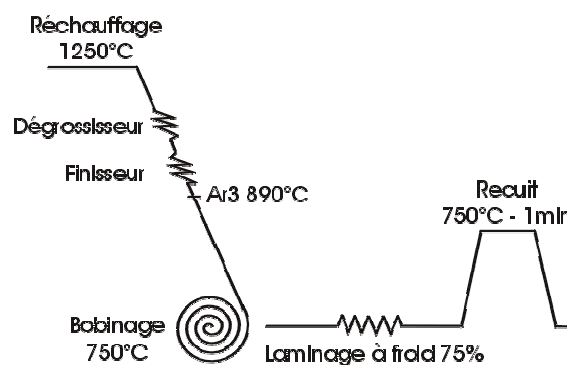


Figure 3.1.1 : Schéma du chemin thermomécanique appliqué industriellement

3.2 Le laminage à chaud

Réchauffer le métal permet l'obtention d'une microstructure austénitique, de taille de grain homogène mais aussi la remise en solution complète des éléments métalliques. Ensuite, le laminage à chaud va écrouir le métal. Cette étape s'effectue généralement dans le domaine austénitique. Tout d'abord, à l'aide du train dégrossisseur, l'épaisseur de la brame est réduite tout en affinant la structure austénitique. Ensuite, le train finisseur va permettre d'obtenir une épaisseur de bande voulue et d'assurer une structure déformée ou recristallisée. Enfin, lors du bobinage, en contrôlant la température, on agit essentiellement sur la précipitation et les transformations de phases.

Pour cet acier, la température de fin de bobinage est de 860°C et l'épaisseur de la tôle à chaud est de 3,5mm. La microstructure obtenue est présentée dans la Figure 3.2.1. Par la méthode des intercepts après EBSD sur les trois faces du matériau, on trouve une taille de grains moyenne de 18µm dans les trois directions.

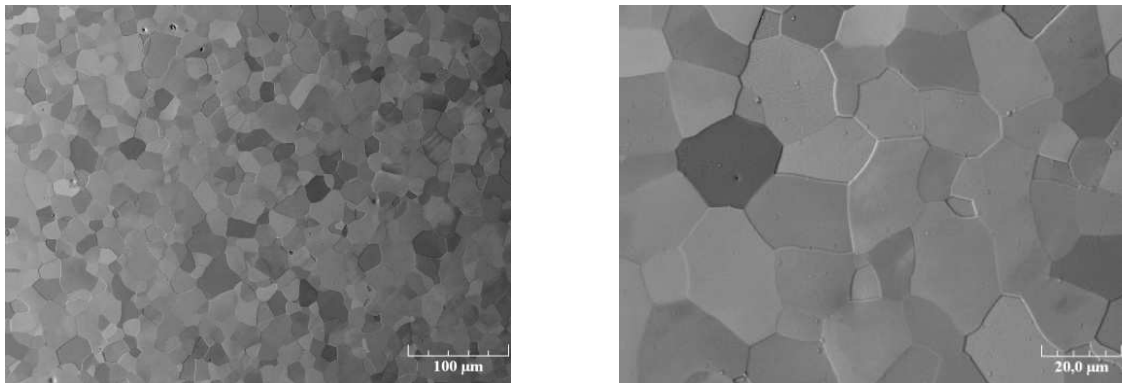


Figure 3.2.1 : Examen au MEB de la microstructure de la tôle à chaud (état de réception du matériau)

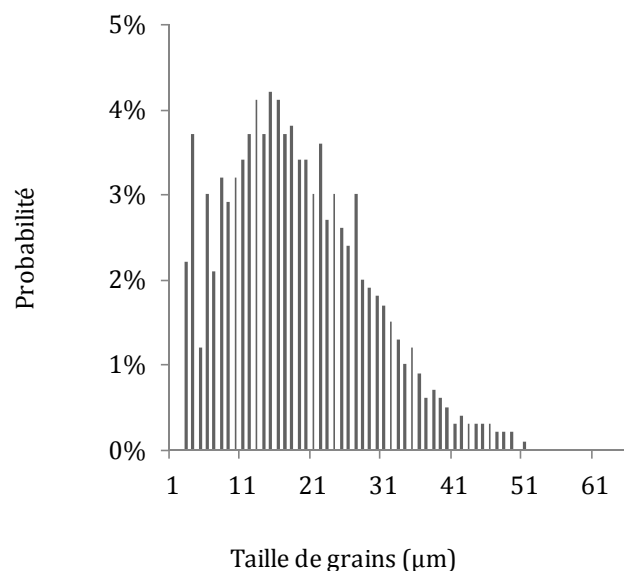


Figure 3.2.2 : Histogramme de taille de grains après analyse EBSD sur la tranche de la tôle à chaud

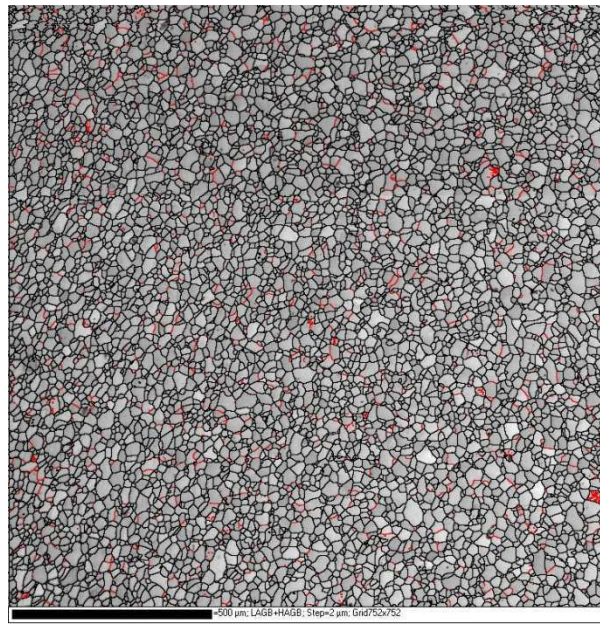


Figure 3.2.3 : Cartographie EBSD en indice de qualité de la tôle à chaud utilisée pour la détermination de la taille de grains, observation de plus de 6000 grains sur DT avec DL vertical. Cette cartographie montre la faible proportion de joints de grain de faibles désorientations (en rouge, $2^\circ < \theta < 15^\circ$) comparé aux joints de fortes désorientations (en noir, $\theta > 15^\circ$).

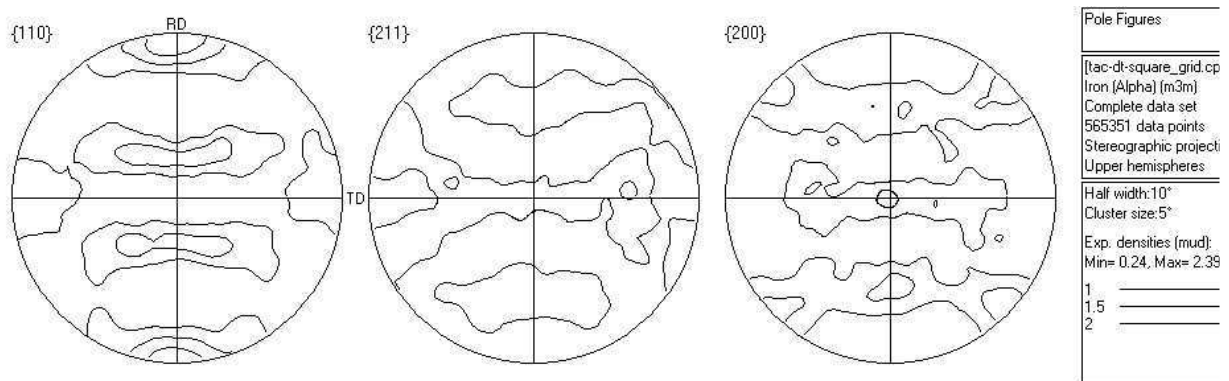


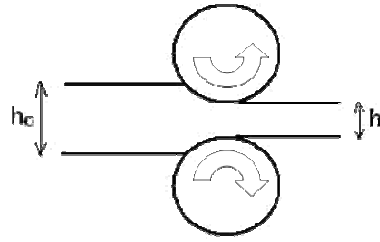
Figure 3.2.4 : Figures de pôles d'après des mesures EBSD sur la tranche (DT) de la tôle à chaud

3.3 Le laminage à froid

Le laminage à froid permet d'obtenir des tôles beaucoup plus fines. Pendant cette étape le matériau est écroui et de nouvelles textures cristallographiques se développent. Cette étape de déformation a été réalisée au LPMTM sur un laminoir de laboratoire à partir de deux bandes A et B découpées dans la même tôle à chaud.

La déformation équivalente pour chaque passe du laminage est calculée selon la formule suivante :

$$\varepsilon_{equi} = \frac{2}{\sqrt{3}} \ln\left(\frac{h_0}{h}\right)$$



Référence	Nombre de passes	Epaisseur (mm)	Réduction d'épaisseur (%)	Déformation cumulée
B15	3	2,97	15,1	0,19
A29	5	2,49	28,9	0,39
A42	7	2,04	41,7	0,62
B51	7	1,70	51,4	0,83
A61	9	1,35	61,4	1,10
B65	9	1,21	65,4	1,23
A71	11	1,00	71,4	1,45
A76	13	0,85	75,7	1,63
B79	11	0,73	79,1	1,81
B84	12	0,57	83,7	2,10
A86	19	0,50	85,7	2,25
A88	21	0,43	87,7	2,42
A89	23	0,37	89,4	2,59
B91	17	0,31	91,1	2,80
A93	25	0,23	93,4	3,14

Tableau 3.3.1 : Caractéristiques des tôles laminées à froid

3.4 Les recuits de recristallisation

Des traitements thermiques ont été réalisés au LPMTM sous vide secondaire afin d'établir des cinétiques de recristallisation en fonction du taux de déformation. Différents temps de recuit ont été réalisés à 650°C et 700°C. En revanche, pour l'étude de la restauration, un seul traitement thermique de 10min à 600°C a été effectué pour l'ensemble des taux de déformation.

Chapitre 4

Caractérisations mésoscopiques

4.1 La déformation

4.1.1 Evolution des textures

De grandes zones (au minimum $250\mu\text{m} \times 500\mu\text{m}$) ont été analysées par EBSD sur la tranche (normale à DT) des échantillons déformés de façon à obtenir des données statistiques de l'évolution des textures pendant la déformation. Plus de mille grains ont été analysés avec un pas d'indexation de $0,5\mu\text{m}$. Nous avons choisi ici une représentation des textures dans la coupe d'Euler à $\varphi_2=45^\circ$ après symétrisation et un calcul des coefficients harmoniques jusque $L_{\text{max}}=22$. Tout d'abord la texture du matériau avant laminage à froid est présentée Figure 4.1.1. Ensuite sur la Figure 4.1.2 sont données les textures de déformation.

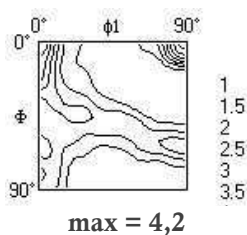


Figure 4.1.1 : ODF calculée (méthode harmonique, $L_{\text{max}}=22$, gaussienne de 5°) à partir des données EBSD de la tôle à chaud

On remarque que les premières passes de laminage ne modifient pas de façon drastique la texture du matériau. En effet, jusque 42% de réduction, on retrouve une fibre α quasi complète, très étalée, avec des maxima autour de $\varphi_1=25^\circ$, $\phi=47^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$ et $\varphi_1=0^\circ$, $\phi=15^\circ$, $\varphi_2=45^\circ$. Cette texture ressemble fortement à la texture de la tôle à chaud. Après 50% de réduction la fibre α n'est plus que partielle, de $\{001\}\langle 110 \rangle$ jusque $\{111\}\langle 110 \rangle$ et la fibre γ est complète. Après 70% de réduction, le maximum de la fibre γ , au début centré autour de l'orientation $\{111\}\langle 112 \rangle$, se situe autour de l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$. On observe ensuite un renforcement des fibres α et γ avec la déformation. Le maximum de texture se situe alors en $\{112\}\langle 110 \rangle$ sur la fibre α et en $\{111\}\langle 110 \rangle$ pour la fibre γ pour les forts taux de réduction.

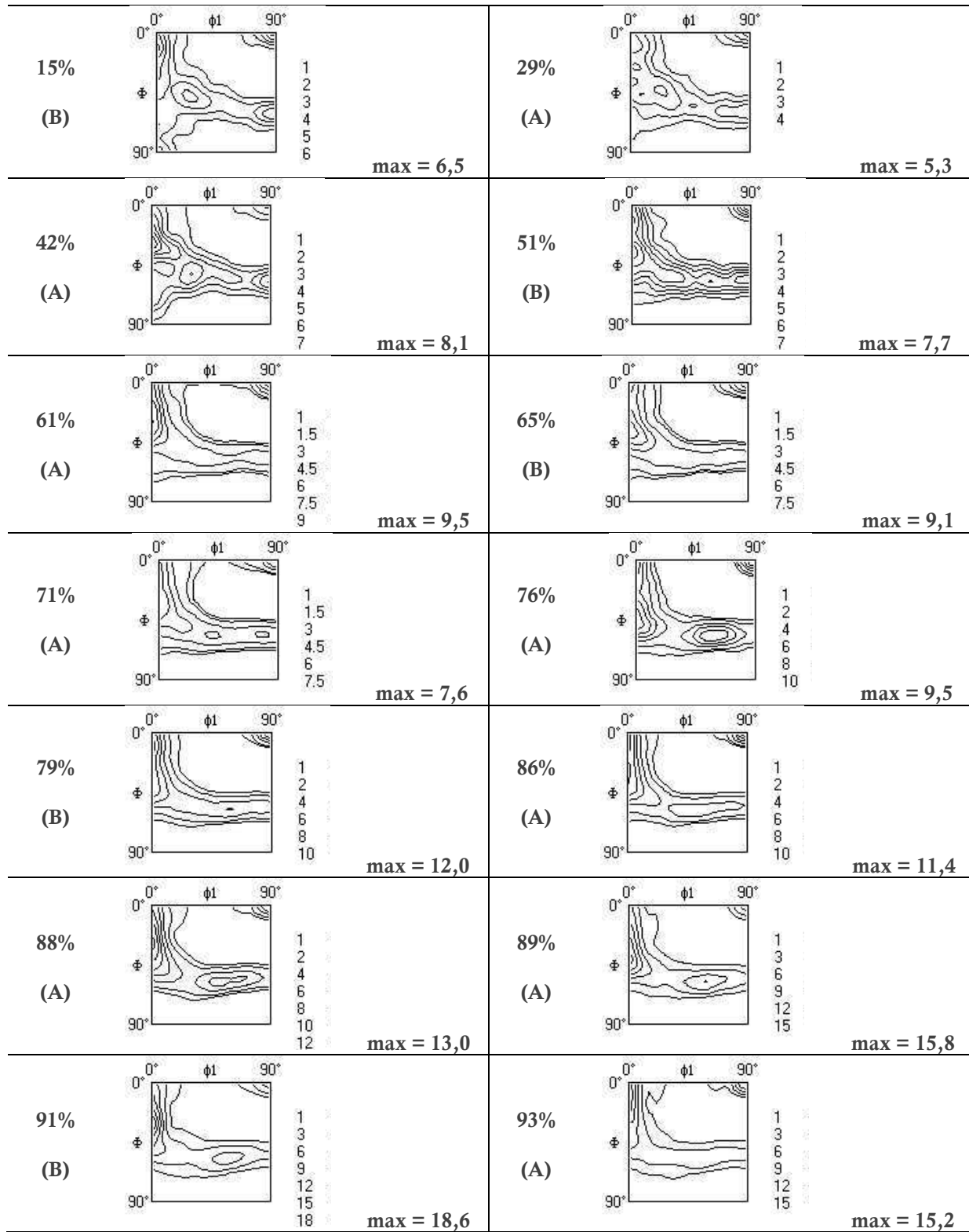


Figure 4.1.2 : ODFs calculées (méthode harmonique, $L_{\max}=22$, gaussienne de 5°) à partir des données EBSD après laminage à froid : de 15% à 93% de réduction

Les textures ont également été mesurées par DRX à mi-épaisseur sur la face normale (DN). Les résultats ne diffèrent que par l'intensité maximale mesurée. Ces intensités maximales sont reportées dans la Figure 4.1.3 en distinguant les échantillons provenant du lot A ou du lot B de la tôle à chaud. Il est alors intéressant de noter la différence entre les échantillons du lot B qui ont subi de plus fortes déformations par passe (en moyenne $\varepsilon=0,16$ /passe) que ceux du lot A ($\varepsilon=0,13$ /passe). Avant 60% de réduction les textures sont légèrement plus intenses pour le lot A puis la tendance s'inverse. Sur un IF-Ti laminé jusque 41% avec différents nombres de passes, Beausir [75] observe une texture plus intense lorsque le nombre de passes augmente. Ceci est bien en accord avec nos observations dans le cas des faibles déformations. En revanche, après 60% de réduction les fortes déformations par passe (lot B) induisent une texture plus marquée. Ceci explique que l'on ait une texture plus marquée après 91% de réduction (lot B) qu'après 93% (lot A).

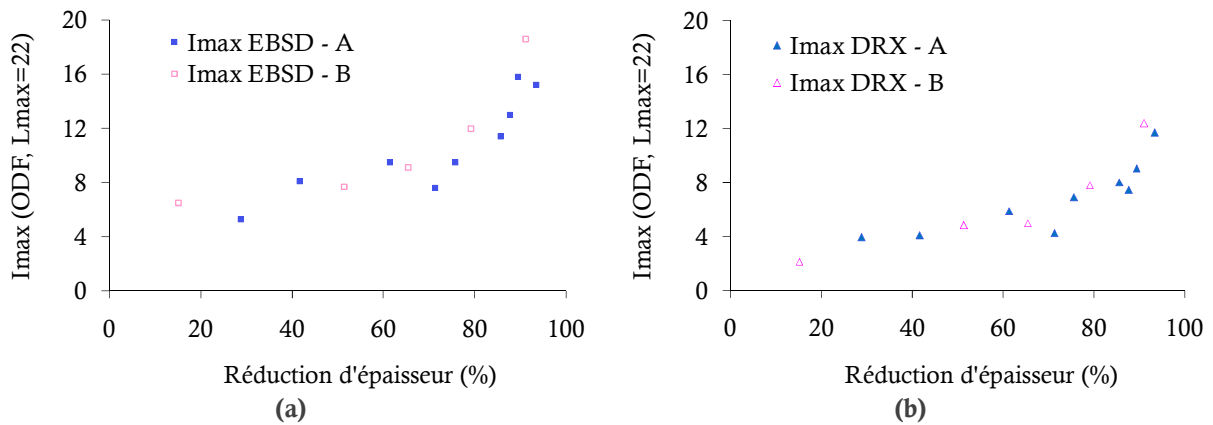


Figure 4.1.3 : Comparaison des intensités maximales mesurées par EBSD sur la tranche DT (a) et par DRX à mi-épaisseur sur DN (b), sur les lots A ($\varepsilon=0,13$ /passe ; en bleu) et B ($\varepsilon=0,16$ /passe ; en rose)

4.1.2 Evolution des microstructures

En plus des zones étudiées pour mesurer les textures du matériau, des scans de $100\mu\text{m}$ par $100\mu\text{m}$ avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$ ont été réalisés pour suivre l'évolution des microstructures au cours de la déformation. Les cartographies d'orientations, avec en superposition, les indices de qualité en niveaux de gris, sont présentées Figure 4.1.4. On remarque la présence d'hétérogénéités au sein du matériau dès 15% de réduction. En effet on voit sur la première cartographie des grains présentant de forts gradients d'orientation et/ou des bandes de déformation. Avec la déformation ces traces deviennent plus nombreuses et au-delà de 50% de réduction elles divisent réellement des grains existant, c'est le début de la **fragmentation**. On obtient alors une structure lamellaire avec une alternance de **grains lisses** (en vert avec le code couleur choisi, IPF selon DL) et de **grains fragmentés**.

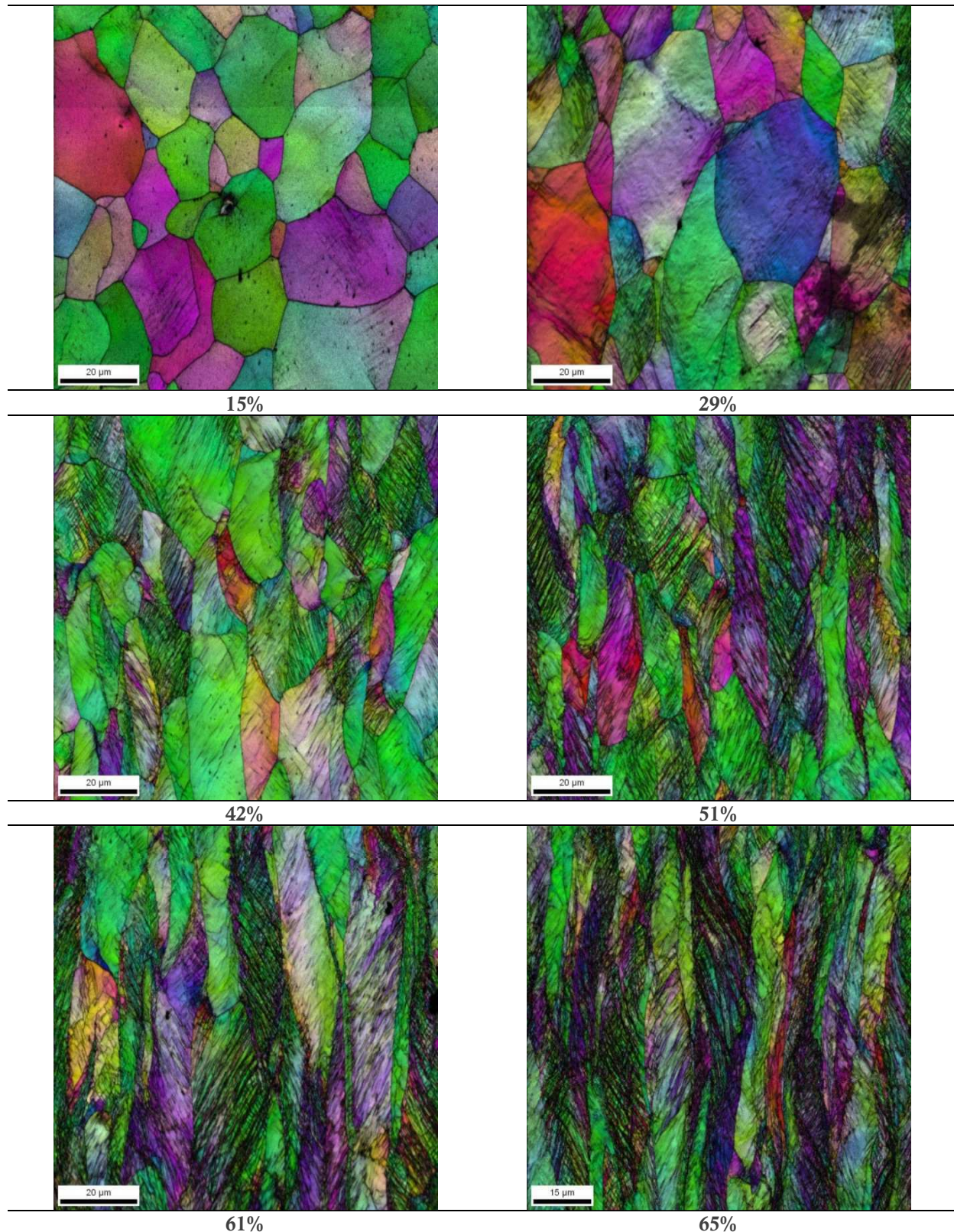
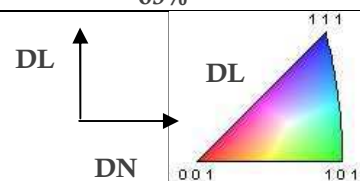


Figure 4.1.4 : Superposition des indices de qualité et des orientations pour les échantillons déformés, scans EBSD (100μm x 100μm) réalisés sur la face normale à DT avec un pas d'indexation de 0,2μm



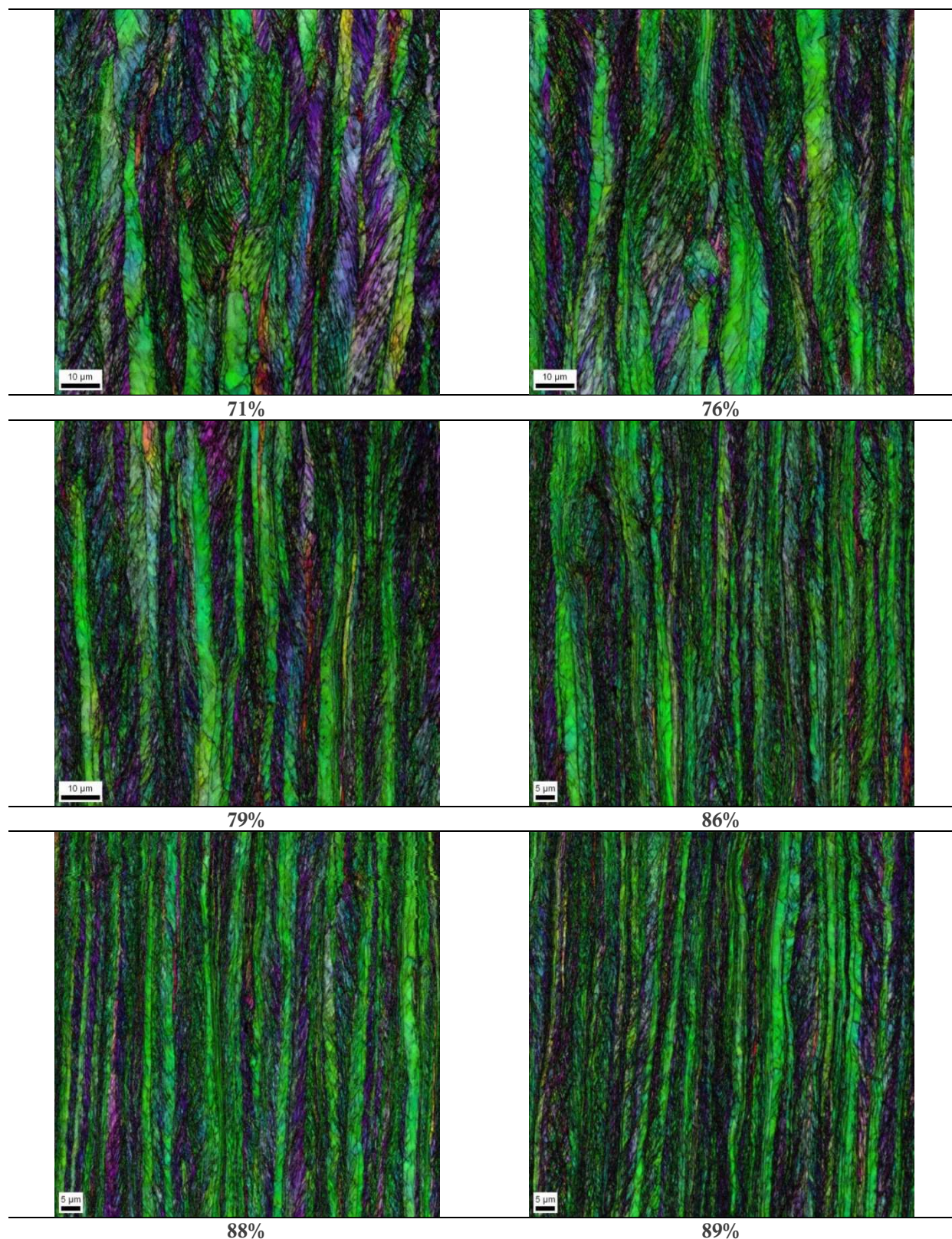
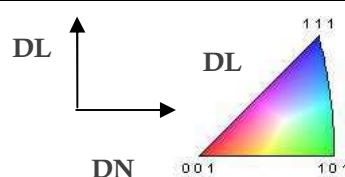


Figure 4.1.4 : Superposition des indices de qualité et des orientations pour les échantillons déformés, scans EBSD (100μm x 100μm) réalisés sur la face normale à DT avec un pas d'indexation de 0,2μm



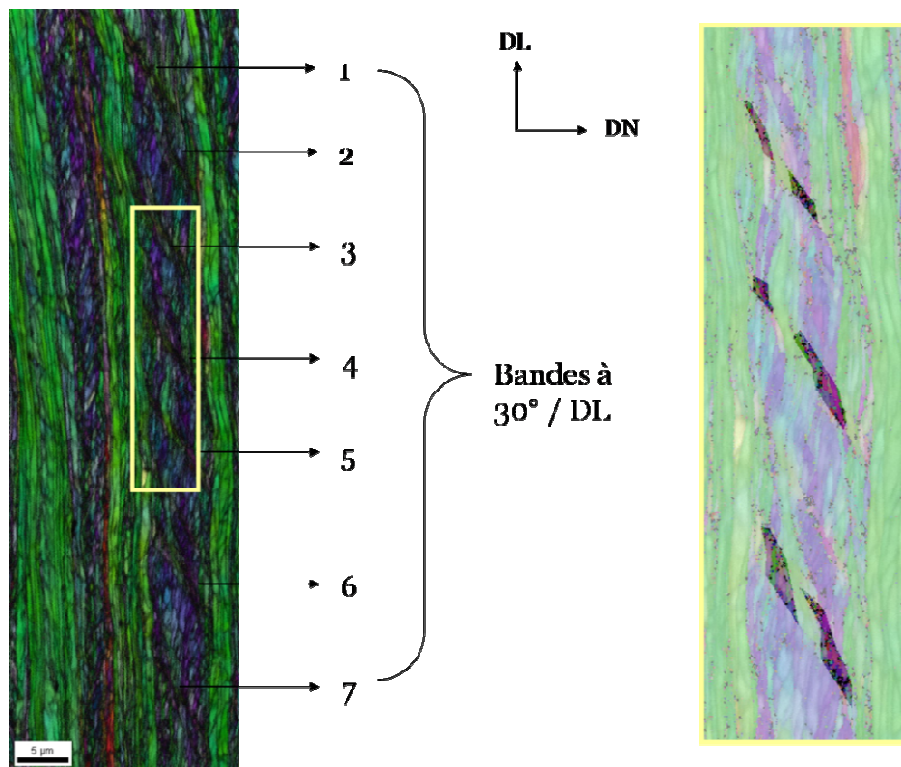


Figure 4.1.5 : Superposition des indices de qualité et des orientations après 91% de réduction, scan EBSD réalisé sur DT avec un MEB-FEG*, avec un pas d'indexation de 50nm

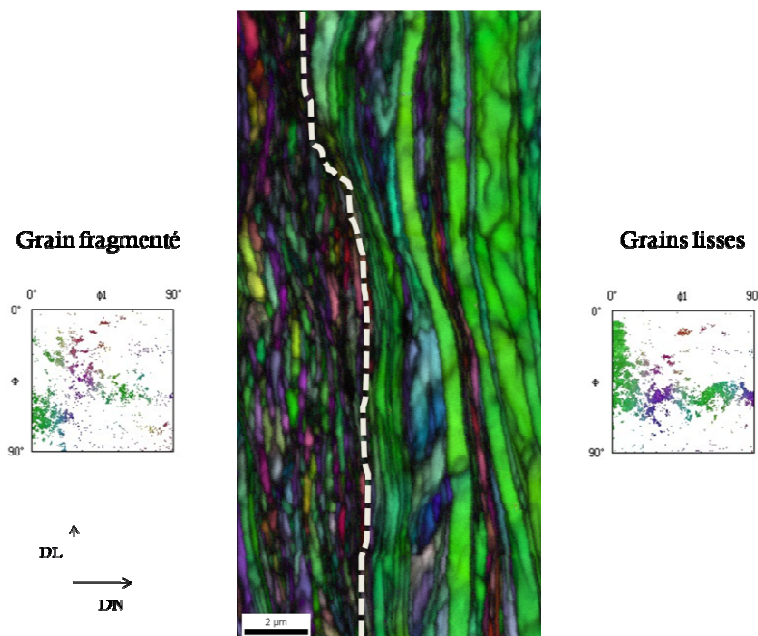


Figure 4.1.6 : Superposition des indices de qualité et des orientations après 93% de réduction, scan EBSD réalisé sur la tranche DT avec un MEB-FEG*, pas d'indexation de 30nm - ODF des parties fragmentées (à gauche des pointillés) et lisses (à droite)

* Collaboration ArcelorMittal –Nippon Steel Corporation

Pour les plus forts taux de déformation, la sous-structure est si fine qu'une analyse au MEB-FEG est nécessaire. A 91% de réduction, sur la Figure 4.1.5 on trouve des bandes de déformation qui traversent un grain. De part et d'autre de ce grain, deux fines bandes de grains lisses sont "tordus" par cette hétérogénéité voisine. On voit ici à quel point le voisinage est important dans la compréhension des microstructures déformées. A 93% de réduction (soit $\epsilon > 3$) la microstructure est très complexe. La zone analysée présentée sur la Figure 4.1.6, d'une centaine de μm^2 , contient à elle seule l'ensemble des orientations présentes dans ce matériau déformé. On retrouve les deux types de morphologie de grains avec à gauche : un grain très fragmenté, et à droite : des grains lisses, très allongés. Le grain fragmenté est composé de nombreuses cellules d'orientations très différentes, allongées dans la direction de laminage, d'environ 50nm de large et 100nm de long, allant parfois jusque 300nm pour les plus fines.

Afin d'avoir une idée de la morphologie des grains déformés, un échantillon laminé à 42% a été également analysé par EBSD sur les deux autres sections (Figure 4.1.7). Gradients d'orientations et bandes de déformations sont également observables dans les coupes DL et DN. Les tailles de grains sur ces coupes diffèrent à cause de l'allongement selon DL, déjà important à 42% de réduction.

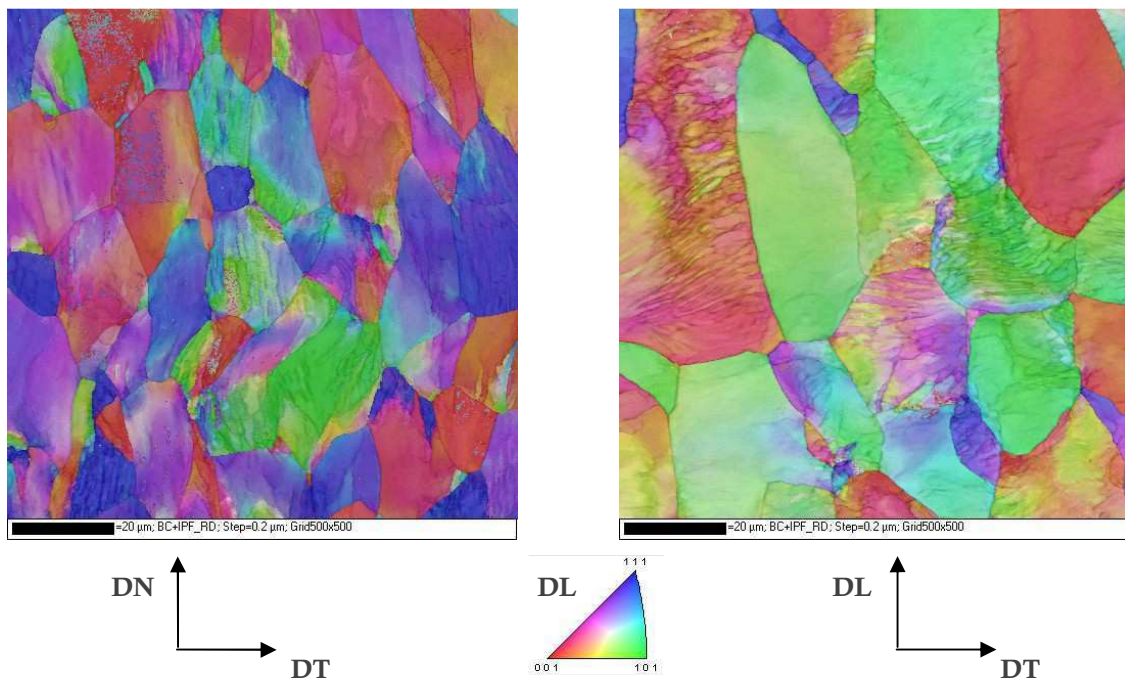
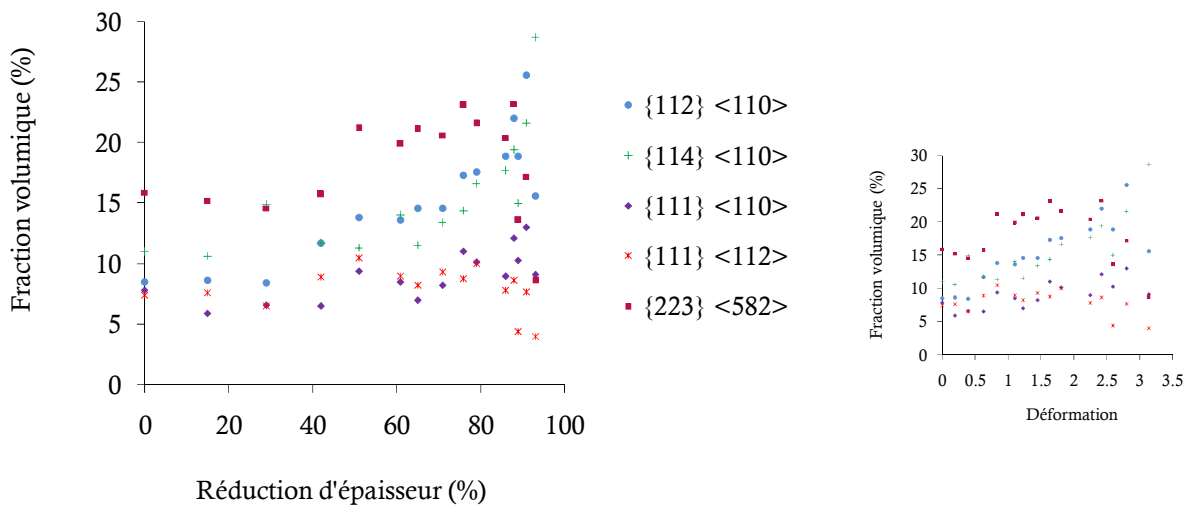
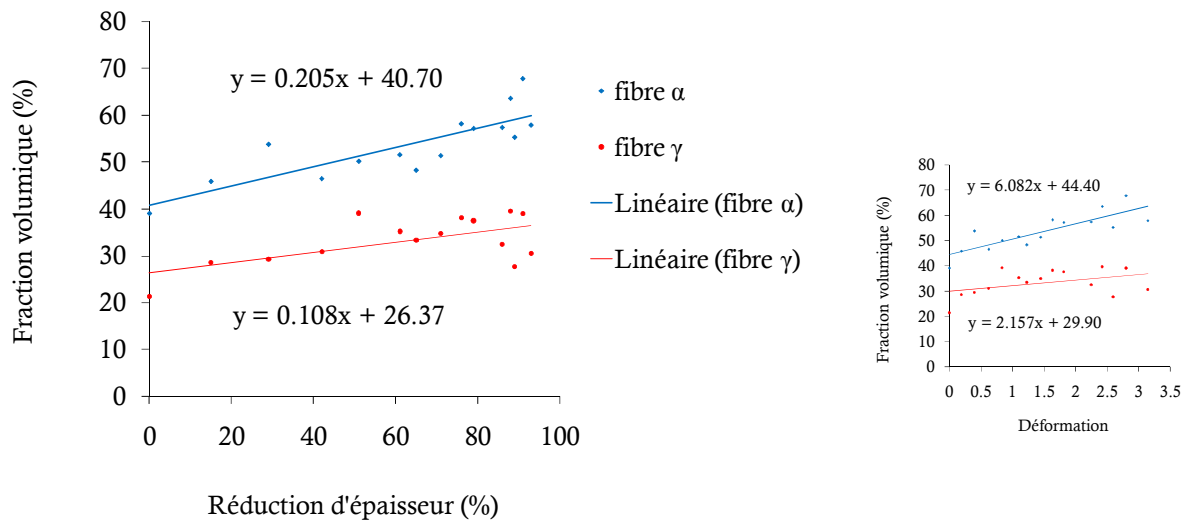


Figure 4.1.7 : Cartographies d'orientations obtenues par EBSD avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$ scans de $100\mu\text{m}$ par $100\mu\text{m}$, après 42% de réduction, observations sur les faces normales à DL et à DN

A partir des scans EBSD on accède à la fraction volumique des orientations présentes dans le matériau. En définissant les fibres α et γ à 15° de désorientation près on obtient l'évolution présentée sur la Figure 4.1.8. On voit alors qu'au cours de la déformation, la proportion d'orientations appartenant à la fibre α reste supérieure à celles appartenant à la fibre γ . Avant le laminage à froid, le matériau est constitué de 41% d'orientations appartenant à la fibre α et 27% à la fibre γ . On observe ensuite une intensification des deux fibres de façon linéaire avec le taux de réduction. Cette intensification étant plus rapide pour la fibre α , à la fin du laminage, soit après

93% de réduction, les orientations appartenant à la fibre α sont deux fois plus présentes dans le matériau que celles de la fibre γ .



De la même manière nous nous sommes intéressés aux orientations les plus présentes dans le matériau en les définissant à plus ou moins $12,5^\circ$ afin de limiter les recouvrements entre deux classes d'orientations dans l'espace d'Euler. L'évolution des fractions volumiques des orientations $\{112\}\langle 110\rangle$, $\{114\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 110\rangle$, $\{111\}\langle 112\rangle$ très présentes à l'état déformé ainsi que l'orientation $\{223\}\langle 582\rangle$ présente majoritairement après recristallisation, est représenté Figure 4.1.9. Avec $12,5^\circ$ autour de $\{223\}\langle 582\rangle$ la fraction volumique de cette orientation est non négligeable à l'état déformé. On remarque également une diminution très nette de la fraction volumique de $\{111\}\langle 110\rangle$ au profit de $\{111\}\langle 112\rangle$ après 80% de réduction.

Evolution de la taille de grains pendant la déformation

Avec la méthode des intercepts classique, c'est-à-dire en utilisant un critère de désorientation de 10° pour différencier deux grains, on obtient des tailles de grains selon deux directions, DL et DN, à partir des scans EBSD réalisés sur la tranche des échantillons. Les scans présentés précédemment Figure 4.1.4 ont été utilisés.

Regardons tout d'abord l'évolution des intercepts selon DN (Figure 4.1.9), soit l'évolution de l'épaisseur des grains au cours de la déformation. En pointillés sur ce graphique apparaît l'évolution de l'épaisseur d'un grain s'il est totalement elliptique au cours de la déformation. On voit que si la taille des intercepts diminue de façon quasi linéaire jusque 30% de réduction, elle diminue ensuite brutalement entre 30% et 50% de réduction. On peut relier cette nette diminution d'épaisseur des grains avec leur fragmentation qui débute à ces mêmes taux de déformation. De 60% à 93% de réduction la taille des intercepts diminue encore mais reste de l'ordre du micron.

Si l'on différencie maintenant les mesures pour les grains appartenant aux fibres α et γ on voit que la taille de grains appartenant à la fibre α est légèrement supérieure à celle de la fibre γ . Ce résultat est en opposition avec celui de Nave [76] qui trouve une épaisseur de grains de $6,8\mu\text{m}$ pour la fibre γ (orientations $\{111\}\langle 110\rangle$ et $\{111\}\langle 112\rangle$) et de $3,5\mu\text{m}$ pour la fibre α (orientations $\{112\}\langle 110\rangle$ et $\{001\}\langle 110\rangle$) après 75% de réduction (valeurs moyennes estimées sur vingt grains à partir d'une cartographie EBSD sur la surface normale). On comprend plus facilement ces résultats puisque les grains de la fibre α possèdent un faible facteur de Taylor. Plus déformés ils sont donc plus fins que les grains γ qui eux "résistent" à la déformation. Le fait que les grains γ soient de la même taille voire plus petits que les grains α , notamment après 40% de réduction, peut s'expliquer par le phénomène de fragmentation qui touche majoritairement les grains de la fibre γ . Des parois de 10° existent alors à l'intérieur de ces grains et, même si elles ne traversent pas totalement un grain, plusieurs grains sont considérés avec la méthode des intercepts.

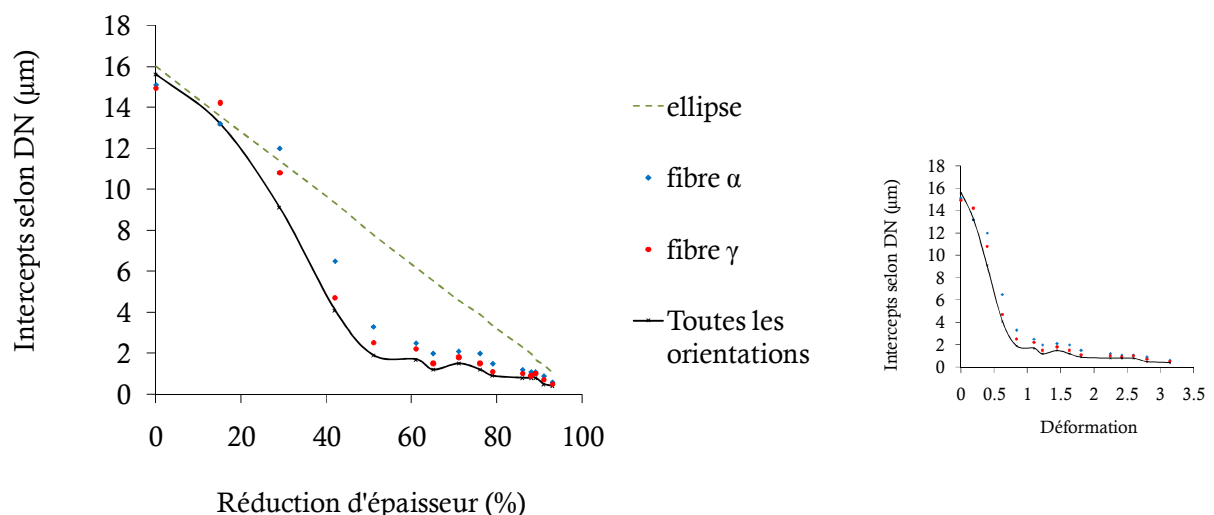


Figure 4.1.10 : Tailles des grains estimées par la méthode des intercepts avec un critère de désorientation de 10° pour définir un joint de grain, valeurs des intercepts selon DN pour l'ensemble des orientations ainsi que pour les fibres α et γ pendant la déformation

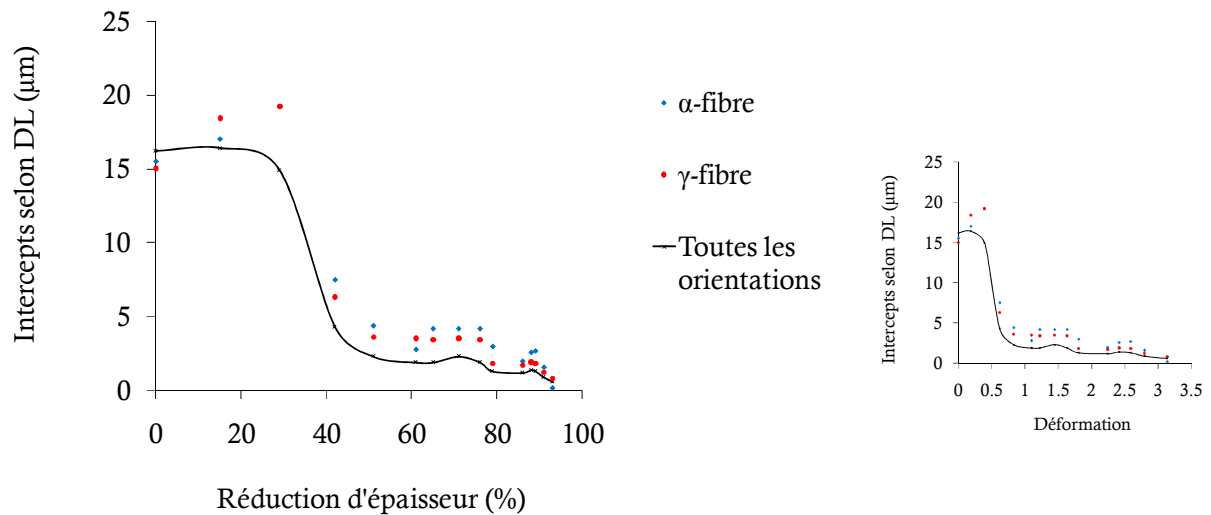


Figure 4.1.11 : Tailles des grains estimées par la méthode des intercepts avec un critère de désorientation de 10° pour définir un joint de grain, valeurs des intercepts selon DL pour l'ensemble des orientations ainsi que pour les fibres α et γ pendant la déformation

Les mesures d'intercepts dans la direction de laminage montrent également une réduction de la taille de grains selon cette direction (Figure 4.1.11). On retrouve la forte diminution des intercepts autour de 30% de réduction comme précédemment ainsi qu'une taille de grain supérieure pour les grains de la fibre α . Il est pourtant évident que les grains s'allongent selon DL. La taille des intercepts devrait ainsi augmenter fortement avec le taux de réduction. Une fois de plus l'apparition de parois à l'intérieur des grains perturbe la mesure.

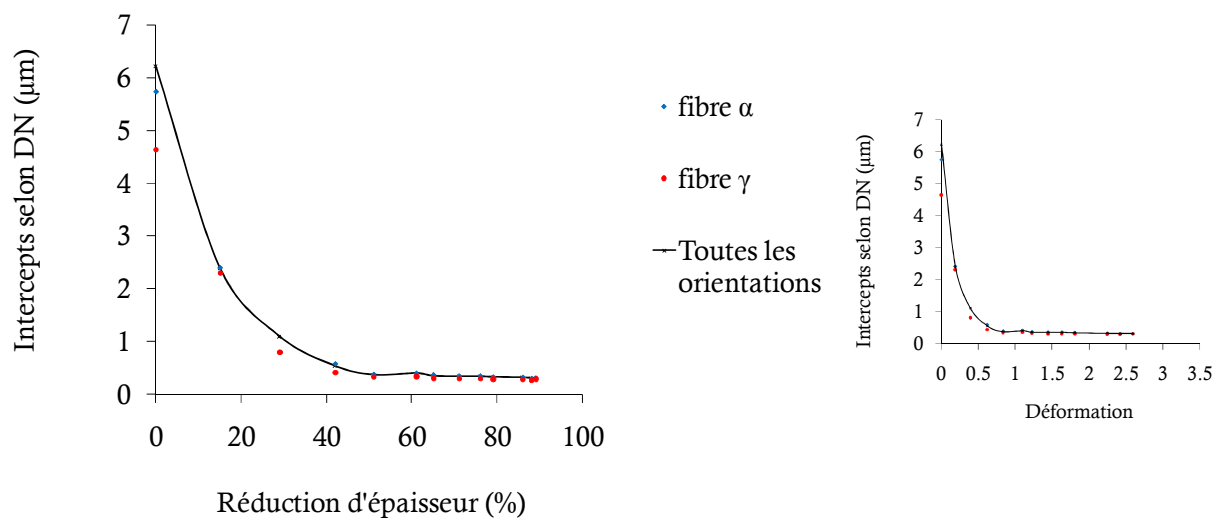


Figure 4.1.12 : Tailles des sous-grains estimées par la méthode des intercepts avec un critère de désorientation de 1° pour définir un sous-joint, valeurs des intercepts selon DN pour l'ensemble des orientations ainsi que pour les fibres α et γ pendant la déformation

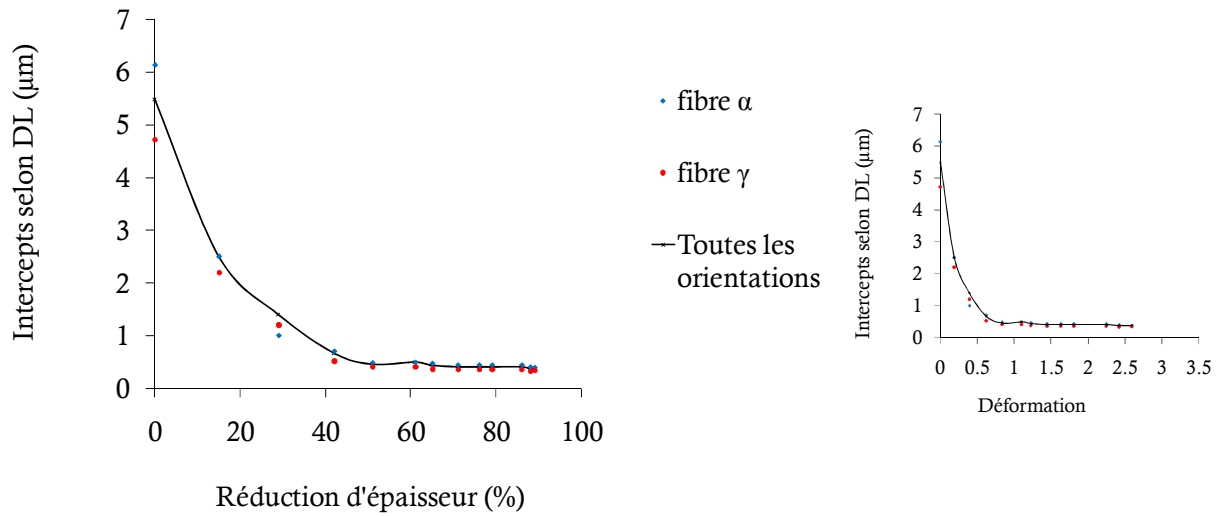


Figure 4.1.13 : Tailles des sous-grains estimées par la méthode des intercepts avec un critère de désorientation de 1° pour définir un sous-joint, valeurs des intercepts selon DL pour l'ensemble des orientations ainsi que pour les fibres α et γ pendant la déformation

On peut alors douter de la fiabilité de la méthode classique des intercepts pour déterminer la taille des grains très déformés. En revanche, en utilisant un critère de désorientation de 1° sur des cartographies EBSD fines (pas de 0,2µm), la taille des sous-grains peut être estimée. Les valeurs d'intercepts de sous-grains selon DL et DN sont données respectivement sur les Figure 4.1.12 et Figure 4.1.13.

Les sous-grains ont une taille quasi-identique quelque soit la classe d'orientations considérée. On note tout de même un léger avantage en taille pour les grains de la fibre α dans les directions DL et DN. A partir de 50% de réduction (soit pour $\epsilon=0,8$), la taille des sous-grains sature autour de 0,4µm dans les deux directions. En microscopie électronique en transmission sur la face DN, Samajdar [77] trouve également une taille de sous-grains supérieure pour les orientations de la fibre α après 90% de laminage à froid sur un IF. Il différencie certaines orientations avec l'évolution en taille suivante :

$$T_{\text{sub}}[\{111\}\langle 112\rangle] < T_{\text{sub}}[\{111\}\langle 110\rangle] < T_{\text{sub}}[\{112\}\langle 110\rangle] < T_{\text{sub}}[\{001\}\langle 110\rangle].$$

Synthèse sur l'état de déformation

Au cours de la déformation on observe un renforcement important des fibres α et γ avec en moyenne deux fois plus d'orientations de la fibre α . Des hétérogénéités microstructurales sont introduites dans le matériau dès les premières passes de laminage. De forts gradients d'orientation ainsi que de nombreuses traces de glissement sont observés. On assiste ensuite à la fragmentation de certains grains qui semblent être majoritairement de la fibre γ . Dans le chapitre suivant nous nous intéresserons plus particulièrement aux sous-structures de déformation et aux paramètres dont dépend la fragmentation : taille, forme, orientation et voisinage du grain considéré.

4.2 La restauration

4.2.1 Les textures

Les échantillons laminés ont subi un traitement de “restauration” de 10min à 600°C. Les nouvelles textures ont été mesurées sur la tranche des échantillons par EBSD, avec au minimum des zones couvrant 250µm x 500µm. Les coupes de l’espace d’Euler à $\phi_2=45^\circ$ sont présentées Figure 4.2.1. Ces textures sont peu différentes des textures de déformation. Toutefois, le maximum souvent observé en $\{111\}<112>$ après déformation sur la fibre γ est moins présent après restauration. On note parfois un renforcement en $\{111\}<110>$ (par exemple après 65% et 88% de réduction) avec le traitement de restauration. De façon générale, l’intensité maximale de ces textures de restauration est supérieure à celle de déformation, en moyenne de 10%.

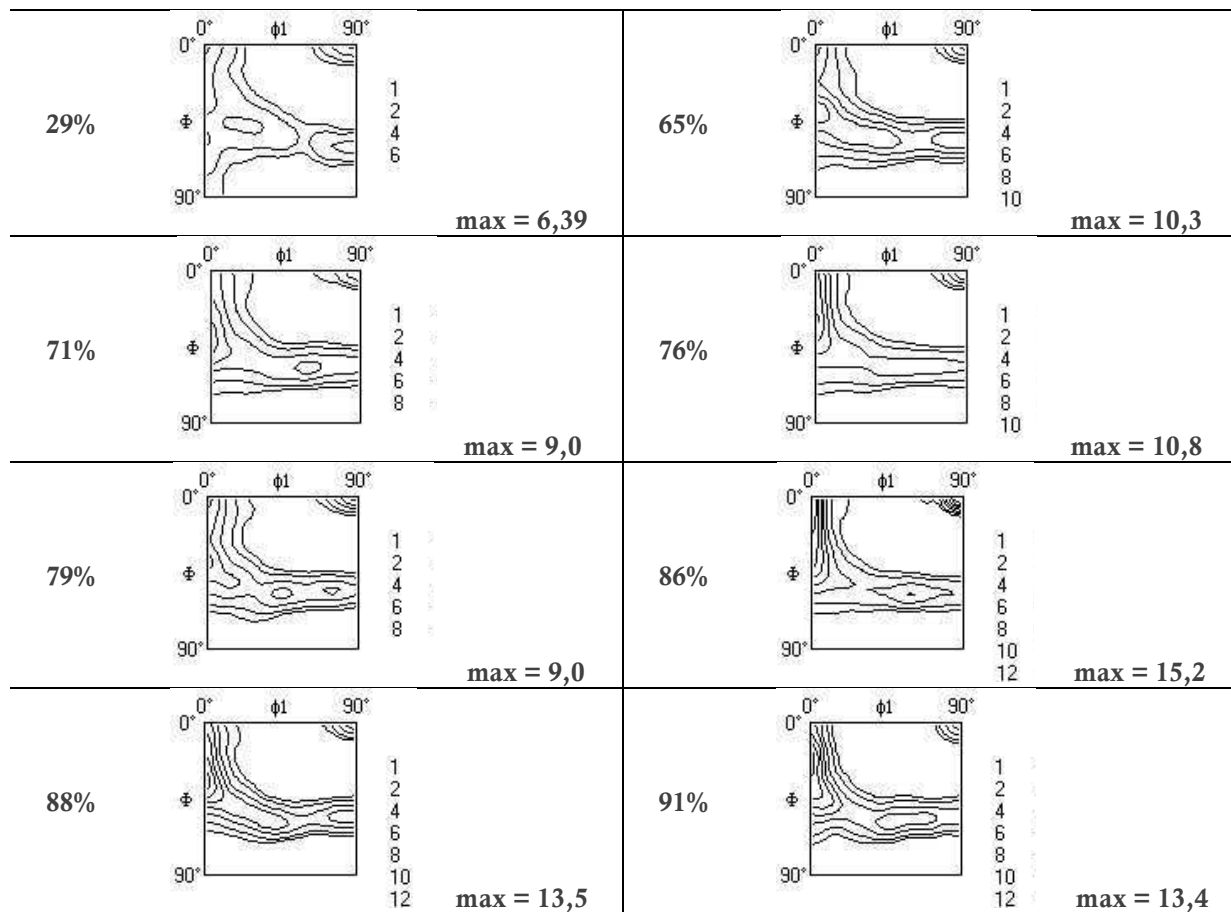


Figure 4.2.1 : ODFs calculées (méthode harmonique, $L_{\max}=22$, gauss 5°) à partir des données EBSD après restauration (600°C-10min)

4.2.2 Les microstructures

Afin de comparer les microstructures après laminage à froid puis après restauration, des scans EBSD de $100\mu\text{m}$ par $100\mu\text{m}$ sur la face normale à DT ont été réalisés avec un pas de $0,2\mu\text{m}$. Les cartographies d'orientations sont présentées dans la Figure 4.2.2. Avec un même traitement thermique de 10min à 600°C on voit que seuls les échantillons les plus déformés (ayant une forte énergie stockée) présentent des “germes”. Notons ici que l'apparition de germes est souvent reliée à une modification de la texture, ce qui n'est pas le cas ici. Il est important de souligner que cette “germination” ne s'effectue jamais dans les grains lisses, en vert avec le code couleur choisi dans la Figure 4.2.2.

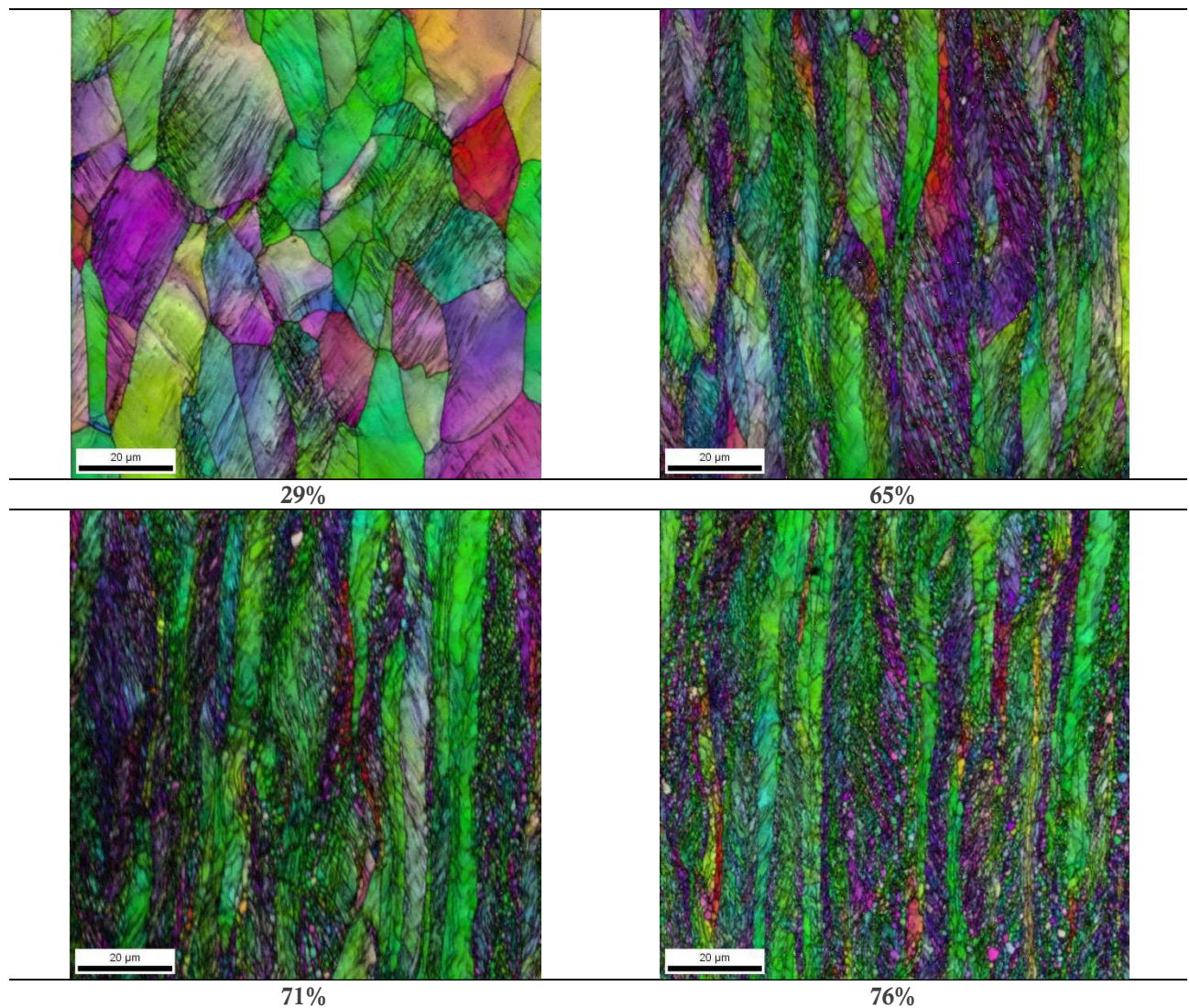


Figure 4.2.2 : Superposition des indices de qualité et des orientations après un traitement thermique de restauration (10 min à 600°C), scans EBSD ($100\mu\text{m}$ x $100\mu\text{m}$) réalisés sur la face normale à DT avec un pas de $0,2\mu\text{m}$



4.3 La recristallisation

Si les traitements thermiques à 600°C suffisent à faire germer les grains les plus fragmentés après un laminage important, des traitements à plus haute température sont nécessaires pour amorcer la croissance de ces nouveaux grains.

4.3.1 Les cinétiques de recristallisation

L'effet de la déformation sur les cinétiques de recristallisation a été étudié pour deux températures de recuit isotherme : 700°C pour l'ensemble des taux de déformation et 650°C pour les plus déformés. Les cinétiques de recristallisation à 700°C sont présentées sur la Figure 4.3.1. On remarque trois domaines distincts : de 15% à 51% ; de 61% à 79% ; puis de 86% à 93% de réduction. Ces discontinuités observées en fonction du taux de réduction ne reflètent pas la réalité ; elles sont dues au fait que les traitements thermiques n'aient pas été effectués dans le même four. Des essais sont actuellement en cours pour caler ces courbes.

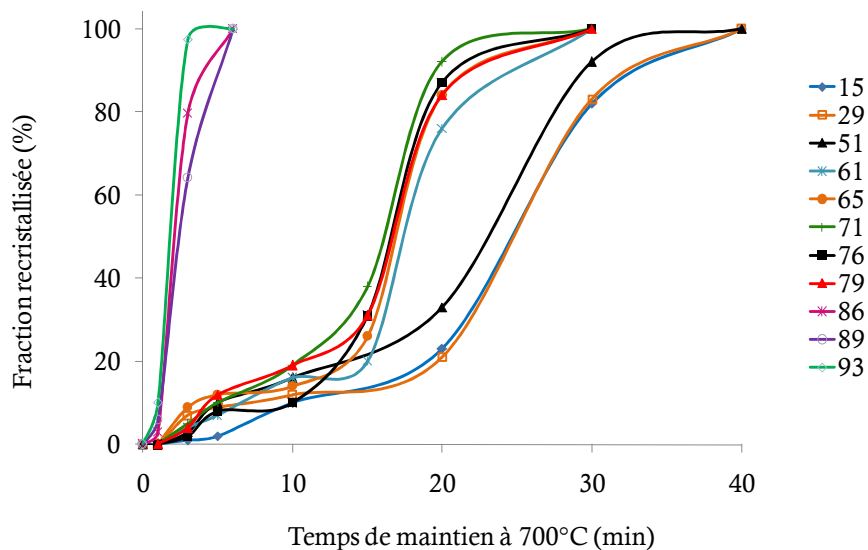


Figure 4.3.1 : Cinétiques de recristallisation mesurées par dureté, maintiens à 700°C

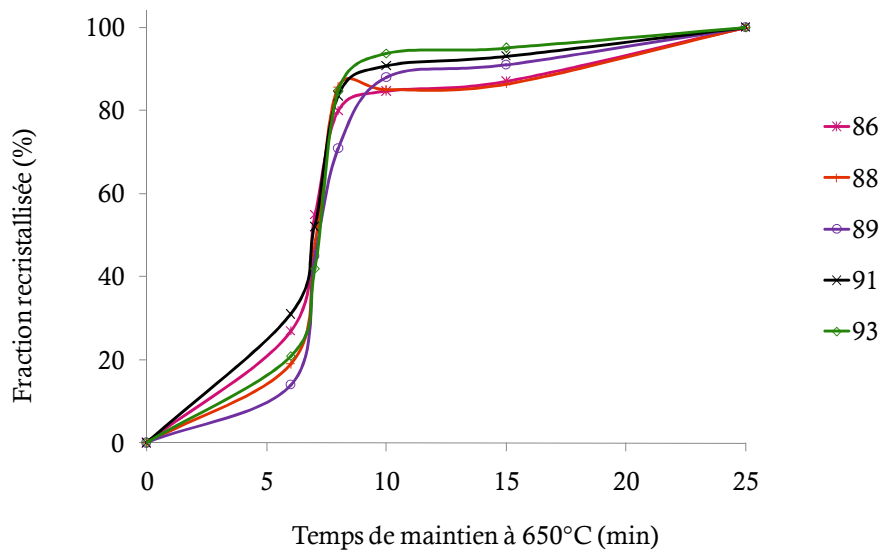


Figure 4.3.2 : Cinétiques de recristallisation mesurées par dureté, maintiens à 650°C

4.3.2 Les textures au cours de la recristallisation

Avant de comparer les textures de recristallisation obtenues pour l'ensemble des taux de déformation étudiés, regardons, sur un exemple, comment évolue la texture du matériau laminé à 86% au cours de sa recristallisation.

Sur la Figure 4.3.3 sont représentées les fractions volumiques des fibres α et γ pour différents maintiens isothermes à 650°C. Ces fractions volumiques tiennent compte à la fois des grains déformés et des grains recristallisés. On observe une diminution de la proportion de fibre α au profit de la fibre γ . Entre 8min et 30min de recuit la fraction volumique de la fibre α reste proche de 40%. Des traitements thermiques de plus de 8min n'entraînent alors qu'une intensification de la fibre γ .

La fraction recristallisée du matériau ainsi que celle des fibres ont alors été estimées. Sur la Figure 4.3.4, on voit alors qu'après 8min de recuit à 650°C, 80% des grains de cet échantillon laminé à 86% sont déjà recristallisés.

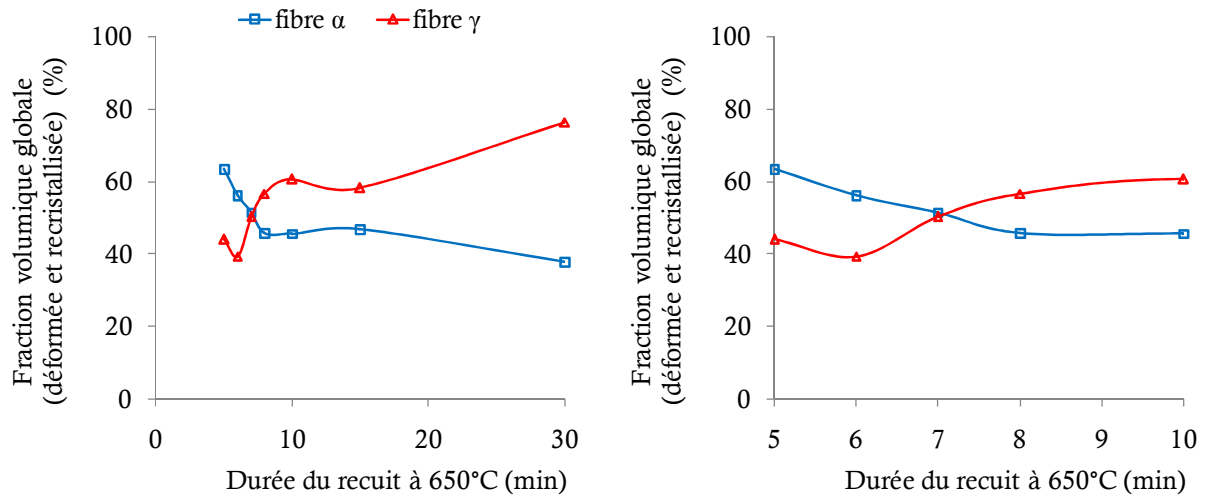


Figure 4.3.3 : Evolution des fractions volumiques des fibres en fonction de la durée du recuit à 650°C après 86% de laminage, à droite le même graphique est représenté uniquement entre 5 et 10 minutes de recuit

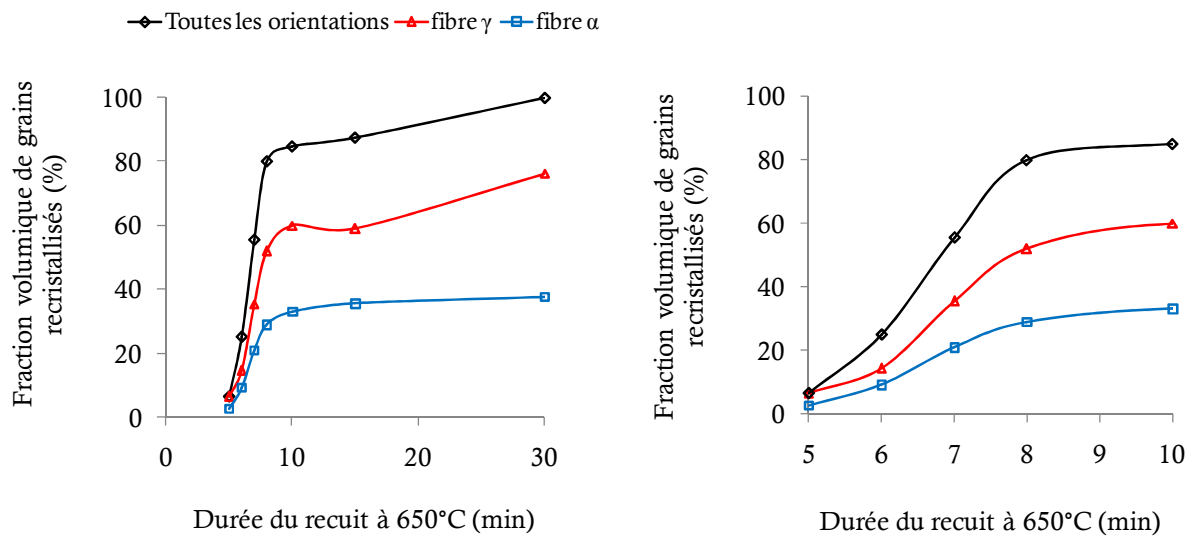


Figure 4.3.4 : Evolution des fractions volumiques recristallisées après 86% de laminage en fonction des durées de traitements isothermes à 650°C, à droite le même graphique est représenté uniquement entre 5 et 10 minutes de recuit

On peut également regarder la vitesse de dissolution des fibres, représentée Figure 4.3.5 pour le même échantillon que précédemment, laminé à 86%, en calculant la fraction volumique de chaque classe d'orientations pour les zones déformées de la microstructure. Lorsque le matériau est à 80% recristallisé, moins de 5% du matériau écroui appartient encore à la fibre γ . La germination étant terminée, seule la croissance a lieu et seule la proportion de grains de la fibre γ continue d'augmenter légèrement.

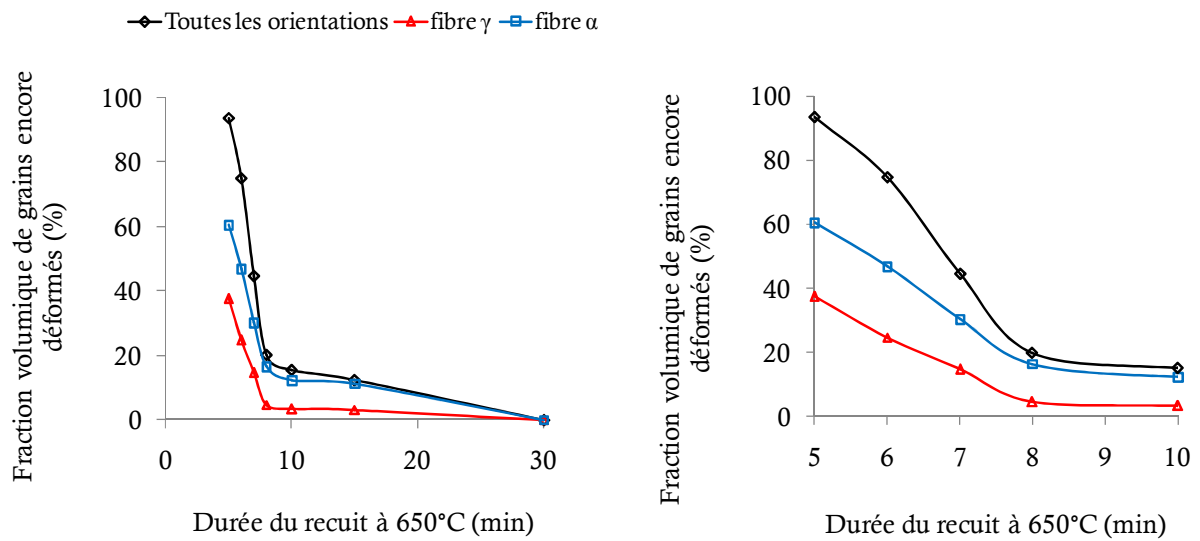


Figure 4.3.5 : Evolution des fractions volumiques déformées après 86% de laminage en fonction des durées de traitements isothermes à 650°C, à droite le même graphique est représenté uniquement entre 5 et 10 minutes de recuit

Si les premiers grains recristallisés sont majoritairement des grains de la fibre γ on voit également des nouveaux grains appartenant à la fibre α . Leur fraction volumique, au début de la recristallisation, est moitié moindre que celle de la fibre γ .

Les ODFs issues de ces traitements à 650°C sur un échantillon laminé à 86% sont données dans la Figure 4.3.6 en différenciant les parties déformées et recristallisées de la microstructure. D'une manière générale, la fibre γ s'intensifie, notamment en $\{111\}<112>$ pendant que la fibre α diminue, jusqu'à disparition complète de son ancien maximum en $\{112\}<110>$. On remarque aussi que l'orientation $\{111\}<110>$ recristallise plus tardivement que l'orientation $\{111\}<112>$, déjà très présente à 27% de fraction recristallisée.

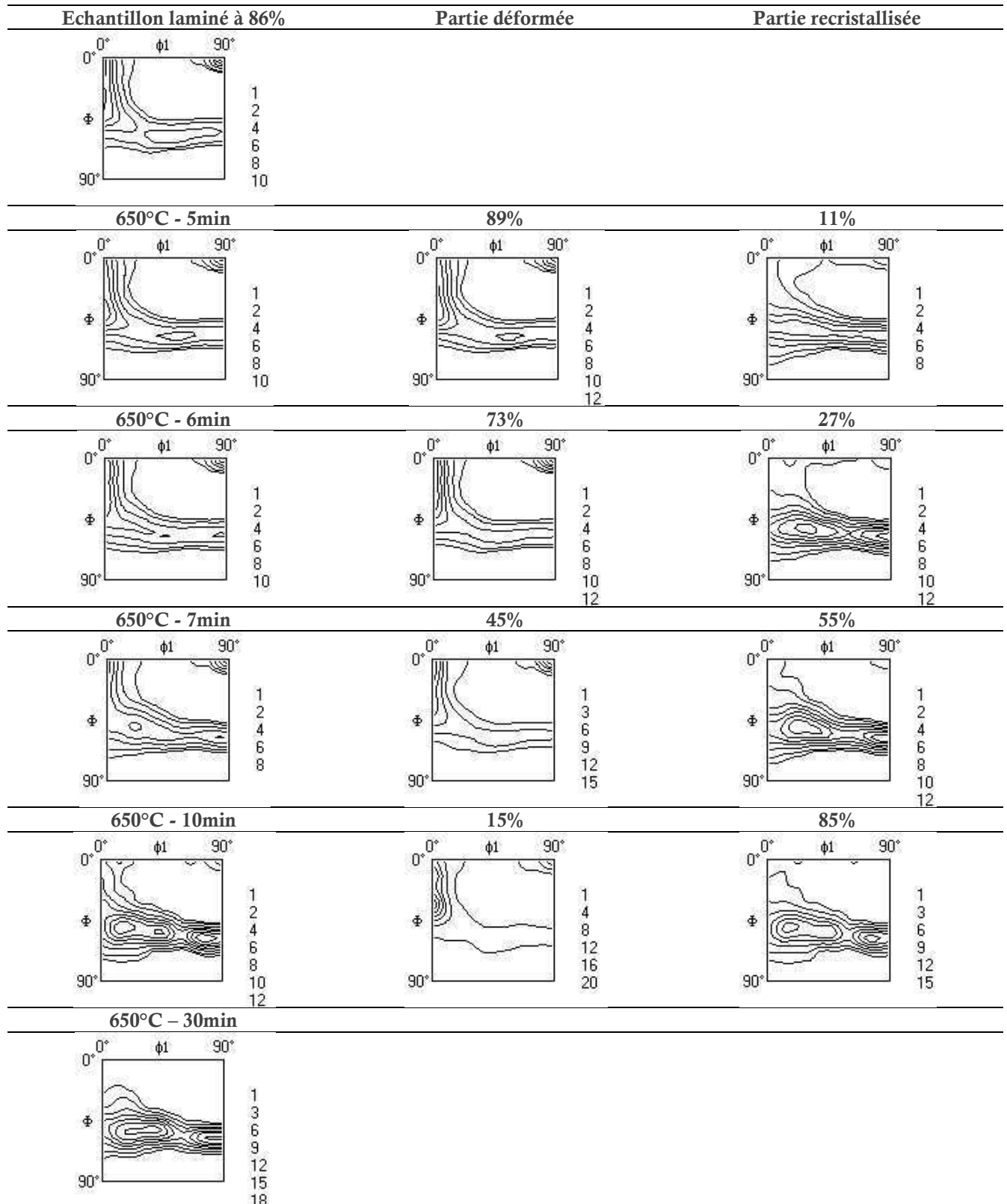


Figure 4.3.6 : ODFs calculées (méthode harmonique, $L_{\max}=22$, gauss 5°) à partir des données EBSD, échantillon déformé à 86% et recuit à 650°C

4.3.3 Les textures de recristallisation

Les textures de recristallisation ont été mesurées à partir de cartographies EBSD couvrant au minimum 200 μm par 500 μm avec un pas d'indexation de 0,5 μm . Les ODFs pour l'ensemble des réductions étudiées sont données dans la coupe $\varphi_2=45^\circ$ à la Figure 4.3.7. Les premiers taux de laminage ne conduisent pas à une texture de recristallisation classique, composée uniquement de fibre γ comme observée pour les taux supérieurs à 60% de réduction. Au contraire, la composante de texture $\{001\}<110>$ présente à l'état de déformation, l'est toujours après recristallisation. Au-delà de 60% de réduction on assiste à l'intensification de la fibre γ avec un renforcement important autour de l'orientation $\{111\}<112>$.

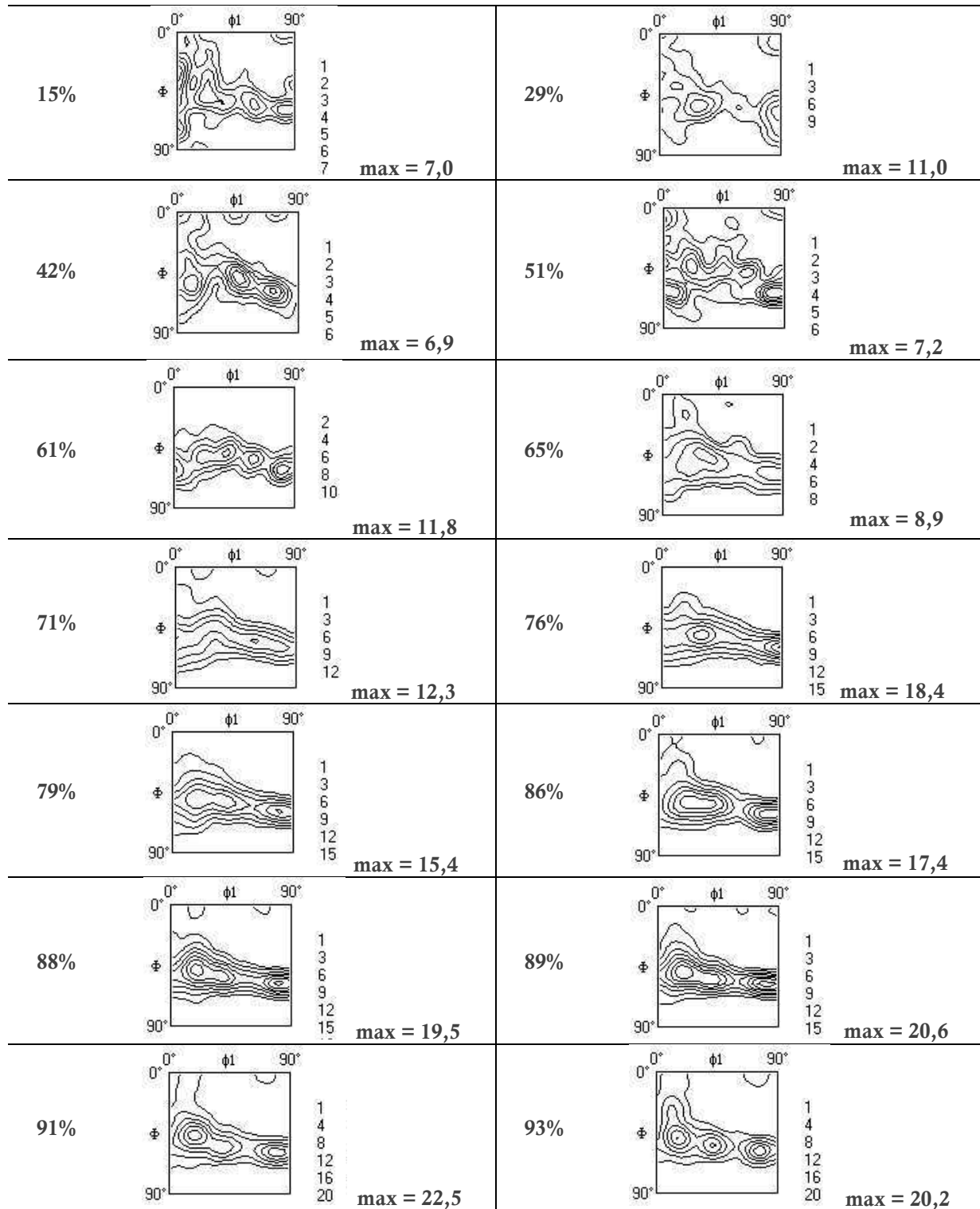


Figure 4.3.7 : ODFs calculées à partir des données EBSD après recristallisation lors de recuits à 700°C, gaussienne de 5°

4.3.4 Les microstructures

Au cours de la recristallisation, des nouveaux grains consomment petit à petit la matrice écrouie. Des bandes de grains lisses toujours déformés cohabitent alors avec des grains recristallisés. Deux exemples de microstructures partiellement recristallisées sont reproduites Figure 4.3.8 pour le cas d'un matériau laminé à 86%.

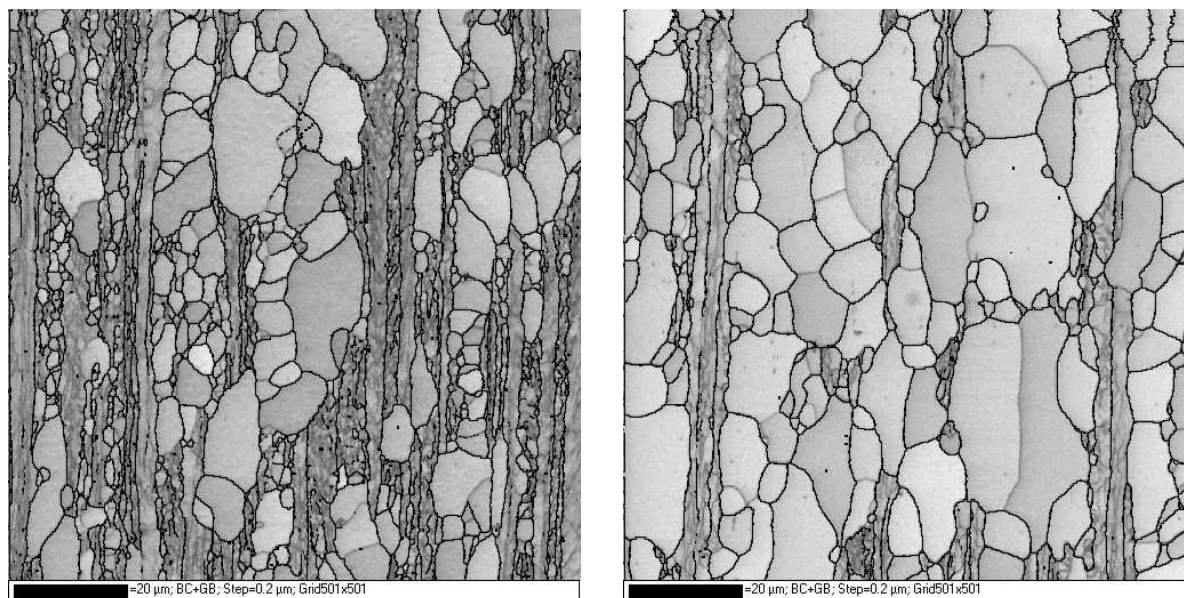


Figure 4.3.8 : Microstructures partiellement recristallisées, exemple après 86% de réduction : à gauche après un recuit de 7min à 650°C (55% recristallisés), à droite un recuit de 4min à 700°C (92% recristallisés) – cartographies EBSD en indice de qualité avec les joints de grains de désorientation supérieure à 5° marqués en noir

Une fois le matériau recristallisé les microstructures sont assez semblables quel que soit le taux de déformation à froid préalablement subi. Sur des cartographies EBSD réalisées avec un pas d'indexation de 0,5µm, les intercepts ont été mesurés dans les directions DL et DN. Les valeurs de ces intercepts ainsi que leurs écart-types sont donnés dans le Tableau 4.3.1. Des valeurs légèrement plus élevées sont trouvées dans la direction de laminage. La différence est toutefois très faible et l'on peut considérer que la microstructure recristallisée est composée de grains équiaxes.

Nous avons alors choisi de représenter Figure 4.3.9 l'évolution des intercepts moyens (selon DL et DN) en fonction de la déformation. Une tendance linéaire est observée quel que soit les orientations considérées. En moyenne, la taille de grains recristallisés est égale à la taille de grains de la tôle à chaud (15,8 d'après le graphique, soit une valeur proche de la taille de grain de la tôle à chaud expérimentale de 15,6µm) moins 0,9 fois la réduction appliquée en laminage. On note ici une taille de grain finale de la fibre γ toujours supérieure à celle de la fibre α comme observé à l'état déformé. Cet avantage en taille pour la fibre γ est en effet conservé au cours du recuit comme le montre la Figure 4.3.10.

Maintien à 700°C (min)	Réduction de section (%)	Intercepts et écarts-types (µm)					
		Toutes orientations		Fibre α		Fibre γ	
		DN	DL	DN	DL	DN	DL
40	15	13,3 ± 0,6	16,1 ± 0,9	12,3 ± 0,7	14,5 ± 1,0	12,1 ± 0,7	11,8 ± 1,1
40	29	12,9 ± 0,8	13,8 ± 1,0	11,3 ± 0,9	11,8 ± 0,9	14,0 ± 0,9	14,4 ± 1,1
40	42	10,7 ± 0,7	13,7 ± 0,8	10,3 ± 0,7	13,2 ± 0,9	11,2 ± 0,7	13,7 ± 0,9
40	51	7,7 ± 0,9	10,2 ± 0,9	7,5 ± 0,9	9,2 ± 0,9	8,8 ± 0,9	12,0 ± 0,9
30	61	10,0 ± 1,0	11,9 ± 0,8	8,6 ± 0,7	9,8 ± 0,8	10,4 ± 0,7	11,5 ± 0,8
30	65	9,5 ± 0,6	10,6 ± 0,8	8,7 ± 0,6	8,9 ± 0,8	9,6 ± 0,6	10,6 ± 0,8
30	71	9,5 ± 0,7	10,8 ± 0,8	9,5 ± 0,7	10,3 ± 0,9	9,9 ± 0,7	10,9 ± 0,8
30	76	8,8 ± 0,6	9,1 ± 0,9	8,8 ± 0,6	8,5 ± 0,9	9,2 ± 0,6	9 ± 0,9
30	79	8,4 ± 0,6	9,3 ± 0,9	8,1 ± 0,6	8,8 ± 1,0	8,6 ± 0,6	9,5 ± 0,9
7	86	7,2 ± 0,6	8 ± 0,8	5,5 ± 0,6	6,3 ± 0,9	7,4 ± 0,6	7,1 ± 0,9
6	88	6,7 ± 0,6	7,8 ± 0,9	5,7 ± 0,7	7 ± 0,9	6,9 ± 0,7	7 ± 0,9
6	89	7 ± 0,6	8,4 ± 0,8	5,2 ± 0,6	4,8 ± 1,0	6,9 ± 0,7	8,1 ± 0,8
6	91	7,2 ± 0,6	8,3 ± 0,9	5,9 ± 0,6	6,5 ± 1,0	6,6 ± 0,6	6,7 ± 0,9
6	93	7 ± 0,7	7,8 ± 0,9	5,5 ± 0,6	5 ± 1,0	7,5 ± 0,7	7 ± 0,9

Tableau 4.3.1 : Taille de grains après recristallisation, valeurs des intercepts avec un critère de désorientation pris égal à 5°, fibres d'orientations à ±15° de l'orientation idéale

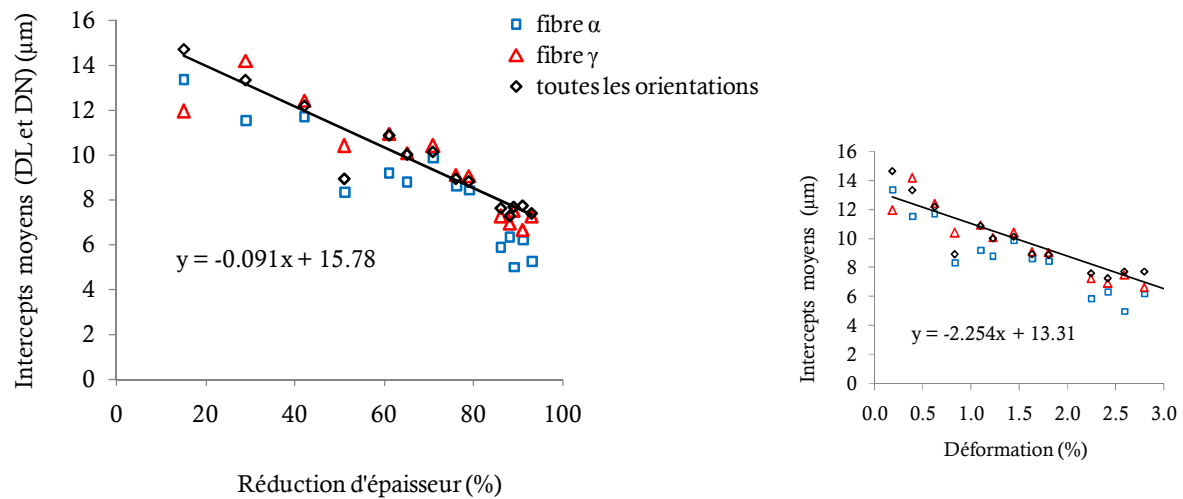


Figure 4.3.9 : Taille de grains recristallisés selon DN pour l'ensemble des orientations ainsi que pour les fibres α et γ en fonction du taux de réduction

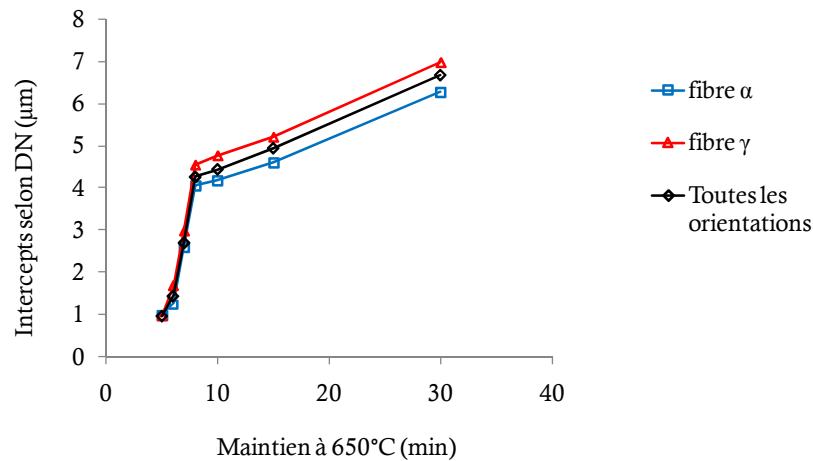


Figure 4.3.10 : Taille de grains recristallisés selon DN pour l'ensemble des orientations ainsi que pour les fibres α et γ pour 86% de réduction pour différents recuits

Une influence de la température du maintien isotherme sur la taille de grain a également été observée. Toujours sur un matériau déformé de 86%, pour que la recristallisation soit complète 30min de recuit sont nécessaires à 650°C contre 7min à 700°C. Les cartographies EBSD obtenues après recristallisation, présentées Figure 4.3.11, montrent deux microstructures semblables. Après le traitement de 30min à 650°C on obtient une taille de grain moyenne très proche de celle obtenue après 7min à 700°C mais tout de même légèrement supérieure (avec un intercept de 6,8μm au lieu de 7,3μm selon DN et de 8,3μm au lieu de 7,6μm selon DL).

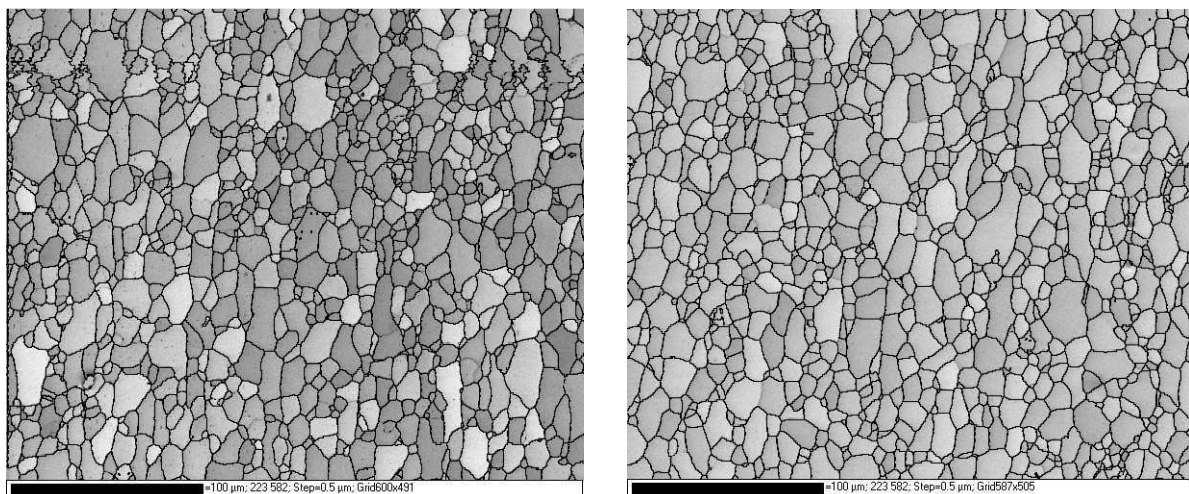


Figure 4.3.11 : Microstructures recristallisées après 86% de réduction et un recuit de 30min à 650°C (gauche) et de 7min à 700°C (droite) – cartographies EBSD en indice de qualité et joints de grains de désorientation supérieure à 5° marqués en noir

4.4 Les propriétés mécaniques

Les matériaux présentant des coefficients de Lankford élevés et une faible anisotropie sont les plus aptes à un emboutissage profond. A l'aide des coefficients harmoniques et une hypothèse de "Pencil Glide", le logiciel "wmtay", développé au LPMTM nous donne les valeurs du coefficient de Lankford (r) pour différentes valeurs de α , l'angle entre les directions de laminage du matériau et de l'essai de traction.

Les $r(\alpha)$ ont été calculés à partir de 15000 orientations prises aléatoirement dans les cartographies EBSD réalisées sur les échantillons recristallisés. Le nombre d'orientations a été choisi de sorte que $r(\alpha)$ n'en dépende pas. A partir de 15000 orientations r est "stable", c'est-à-dire que l'écart type entre une mesure avec 15000 orientations et une mesure avec 12000 ou 17000 orientations est inférieur à 1%. Les résultats sont donnés Figure 4.4.1 avec une erreur sur la valeur de r inférieure à 0,02.

Pour les faibles réductions d'épaisseur, r est maximal pour $\alpha=90^\circ$ et minimal pour $\alpha=0^\circ$ ou $\alpha=45^\circ$. Lorsque la déformation augmente un second maximum apparaît autour de 30° et le minimum est déplacé vers 55° . Pour les déformations les plus importantes (au delà de 86% de réduction) le maximum est autour de 35° et le minimum en 0, soit dans la direction DL. Le matériau le plus déformé, (93% de réduction) ne présente plus que le maximum à 35° .

On peut classer les profils de $r(\alpha)$ selon 4 catégories :

- (a) Profils à 2 cornes
- (b) Profils à 4 cornes
- (c) Profils à 6 cornes
- (d) Profils à 4 cornes très différents de (b)

Un exemple de chacun des profils a, b, c et d sont représentés pour α compris entre 0 et 360° sur la Figure 4.4.2. La texture de recristallisation correspondante est rappelée. Les profils à 6 cornes, souhaités pour un emboutissage profond sont obtenus lorsque la texture de recristallisation est composée d'une fibre γ uniforme. Après 93% de réduction, la fibre γ , pourtant plus intense, ne conduit qu'à un profil de $r(\alpha)$ à 4 cornes.

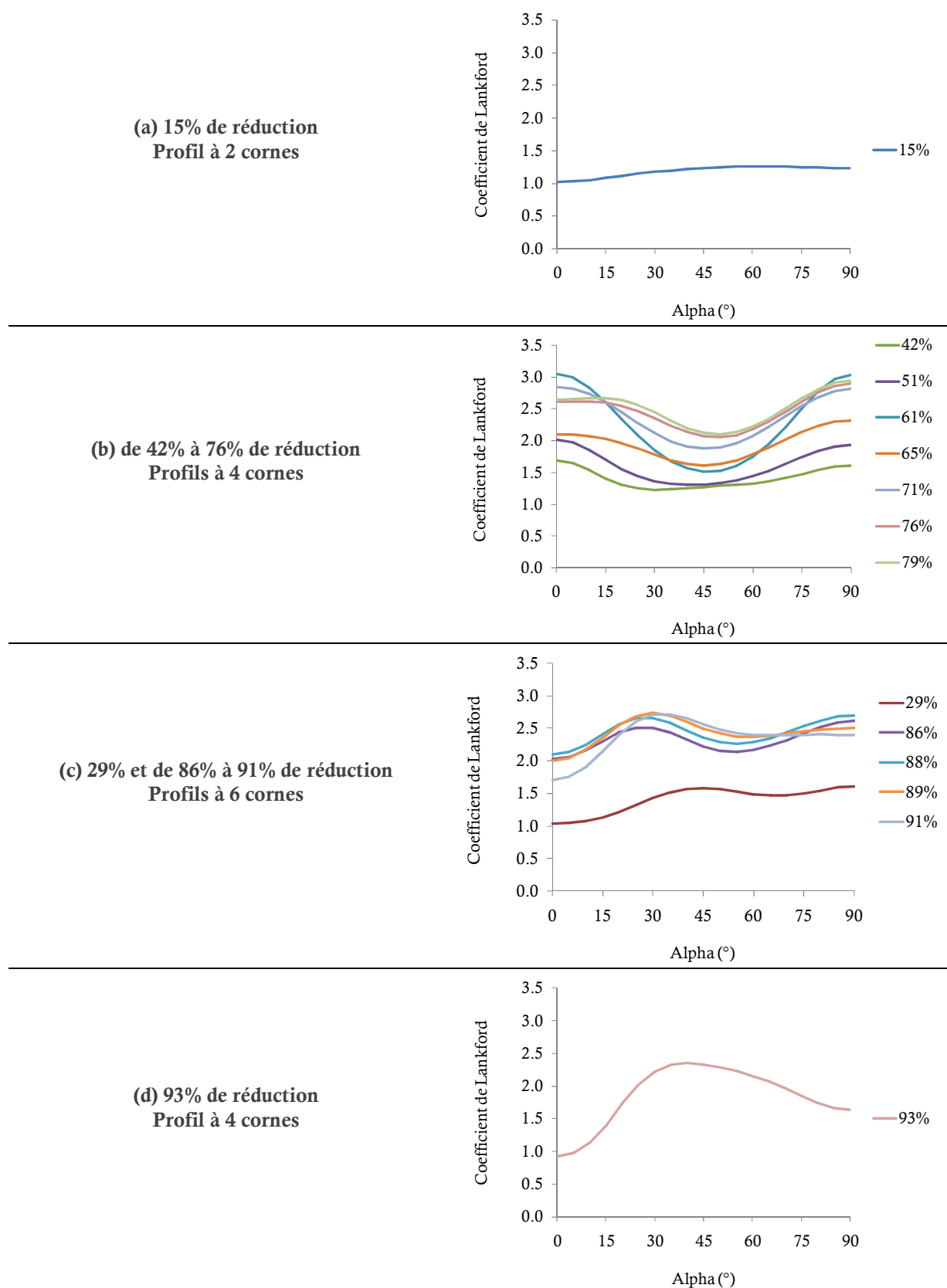


Figure 4.4.1 : Profils de Lankford pour différentes réductions, angle α donné par rapport à DL, rappel des textures de recristallisation pour certains taux de laminage

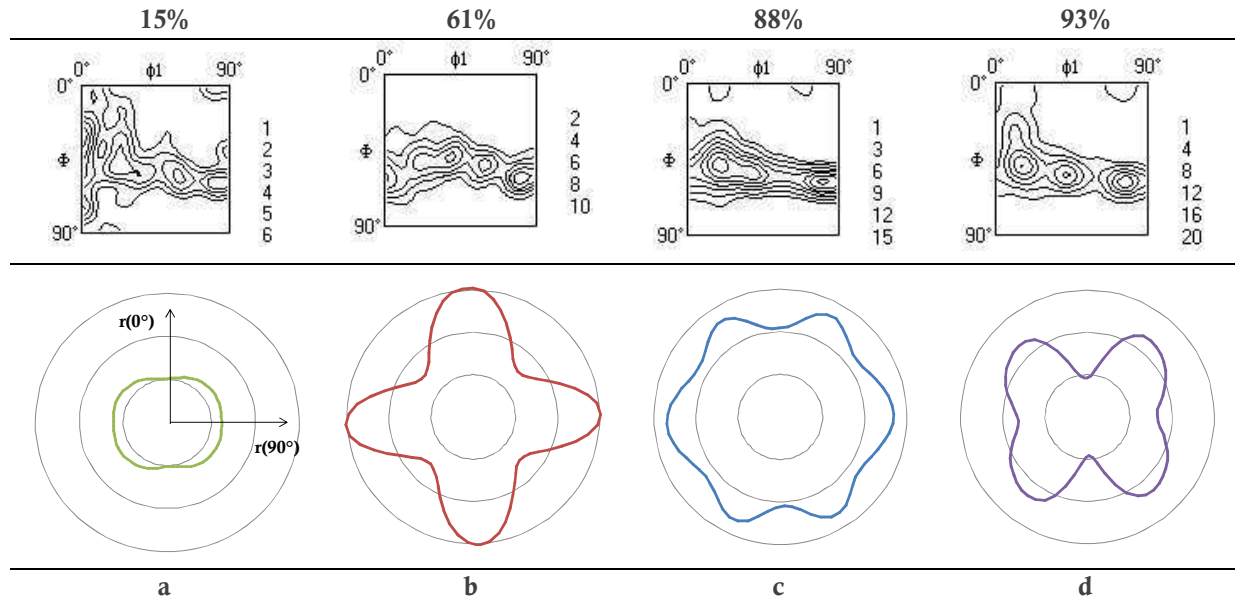


Figure 4.4.2 : Profils de cornes et texture de recristallisation correspondante pour quatre taux de réduction : le plus faible : 15%, le plus élevé 93% et deux taux intermédiaires 61% et 88% conduisant à des profils de très différents à 4 et 6 cornes, les lignes de niveaux représentant $r(\alpha)=1,2$ et 3

Pour comparer l'emboutissabilité de deux matériaux on calcule généralement une valeur d'anisotropie moyenne à l'aide de deux coefficients :

- \bar{r} le coefficient d'anisotropie normale : $\bar{r} = \frac{r(0^\circ) + 2r(45^\circ) + r(90^\circ)}{4}$

- Δr le coefficient d'anisotropie plane : $\Delta r = \frac{r(0^\circ) - 2r(45^\circ) + r(90^\circ)}{2}$

Ces deux valeurs sont représentées pour chacun des taux de réduction sur la Figure 4.4.3. Le matériau le plus apte à un emboutissage profond est celui laminé à 88%, avec $\bar{r} = 2,44$ et $\Delta r = 0$. Sa texture de recristallisation est en effet une fibre γ très intense, plus uniforme que la fibre γ obtenue après de plus fortes réductions d'épaisseur.

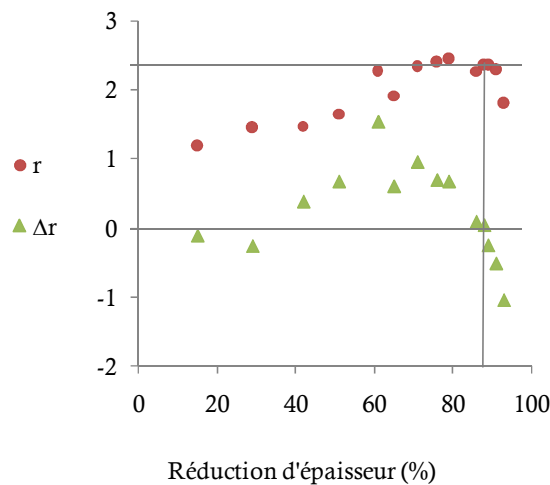


Figure 4.4.3 : Evolution de l'anisotropie moyenne (\bar{r} et Δr) avec la déformation

4.5 Comment prédire la recristallisation ?

4.5.1 Suivi in-situ de la recristallisation

Les expériences de recuit “in-situ” dans un MEB équipé de l’EBSD, réalisées au LPMTM et à l’Université de Liverpool sont décrites dans le chapitre 2. Pour plus de clarté seuls les résultats issus de l’observation d’un échantillon laminé à 60% sur le MEB-FEG Camscan X500 de l’Université de Liverpool seront présentés ici en détail.

Pour cet échantillon, le recuit effectué est celui présenté Figure 4.5.1. Dès le début de la recristallisation, observée à 750°C, le recuit a été interrompu de façon à pouvoir observer un matériau partiellement recristallisé. Il a été ensuite vérifié par EBSD que 20% des grains étaient encore déformés à la fin du recuit.

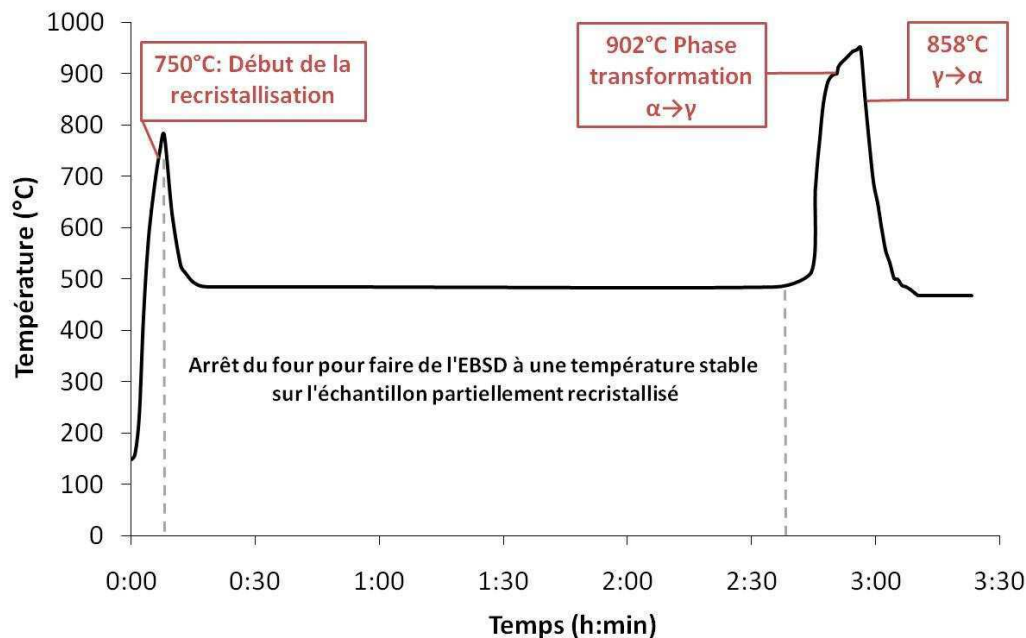


Figure 4.5.1 : Recuit effectué sur l'échantillon laminé à 60% dont les résultats sont détaillés dans ce paragraphe

Evolution de la texture

Les textures ont été mesurées par EBSD avant et après le traitement thermique. Pour cela des zones couvrant 600 μ m par 800 μ m ont été utilisées avec un pas d'indexation de 2 μ m. Les textures obtenues (Figure 4.5.2) sont tout à fait classiques dans le cas d'un acier IF laminé à 60%. La texture de déformation (a) est constituée d'une fibre α partielle, de $\{001\}\langle 110 \rangle$ à $\{111\}\langle 110 \rangle$. Après 80% de recristallisation, la texture est principalement constituée d'une fibre γ mais on note également la présence de fibre α , due aux 20% de grains non recristallisés.



Figure 4.5.2 : ODF avant (a) et après recuit (b) in-situ sur un échantillon déformé à 60%

Avant la montée en température, une zone couvrant $150\mu\text{m} \times 250\mu\text{m}$, soit environ 40 grains a été finement caractérisée par EBSD avec un pas d'indexation de $0,15\mu\text{m}$. Cette zone sera observée par la suite au long du recuit en imagerie. Sur la Figure 4.5.3 on peut ainsi voir la zone observée en imagerie rétrodiffusée avec, en superposition, la cartographie d'orientations mesurée par EBSD avant (a) et après le recuit (b).

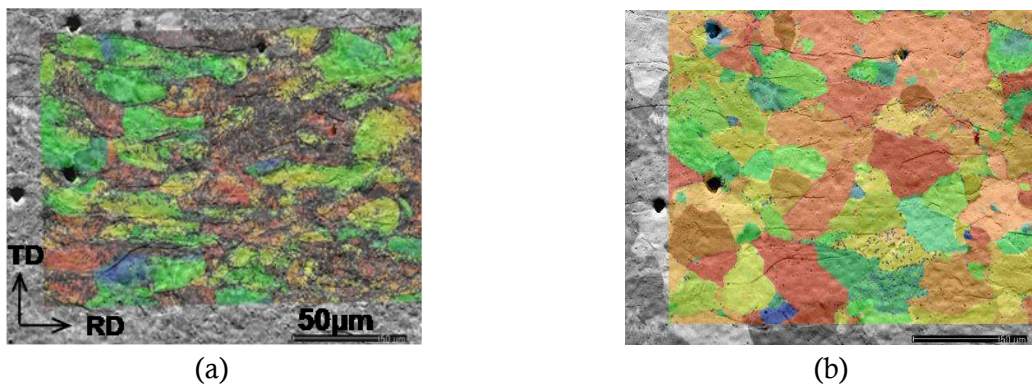


Figure 4.5.3 : Images en électron rétrodiffusés avec, en superposition, les cartographies d'orientation obtenues par EBSD avec un pas d'indexation de $0,15\mu\text{m}$ pour l'état déformé (a), et de $0,5\mu\text{m}$ pour l'état 80% recristallisé (b)

Evolution de la microstructure

Durant la montée en température, la zone couvrant $150\mu\text{m} \times 250\mu\text{m}$, a été photographiée toutes les 6s en électrons rétrodiffusés. Trois images sont reportées Figure 4.5.4 où l'on distingue les premiers germes (a) puis une microstructure de plus en plus recristallisée, après 30s (b) puis après 1min (c) où seuls 20% des grains sont toujours déformés. Les germes (désignés par les flèches sur les microstructures apparaissent en premier lieu aux joints de grain et aux joints triples. Leur croissance se poursuit à l'intérieur d'un ancien grain comme on peut le remarquer pour les premiers germes qui suivent un ancien joint de grain. Les recuits in-situ présentent l'avantage de favoriser un phénomène de « thermal etching » marquant nettement les joints de grain de l'état déformé. A la fin de l'expérience on a ainsi une microstructure partiellement recristallisée avec les anciens joints de grains toujours visibles (c). Avec l'ensemble des images acquises toutes les 6s nous avons reconstruit un film de cette recristallisation. Ce film met en évidence l'apparition des nouveaux grains à des temps différents et le fait que tous les joints de grains ne bougent ni à la même vitesse ni dans les mêmes directions.

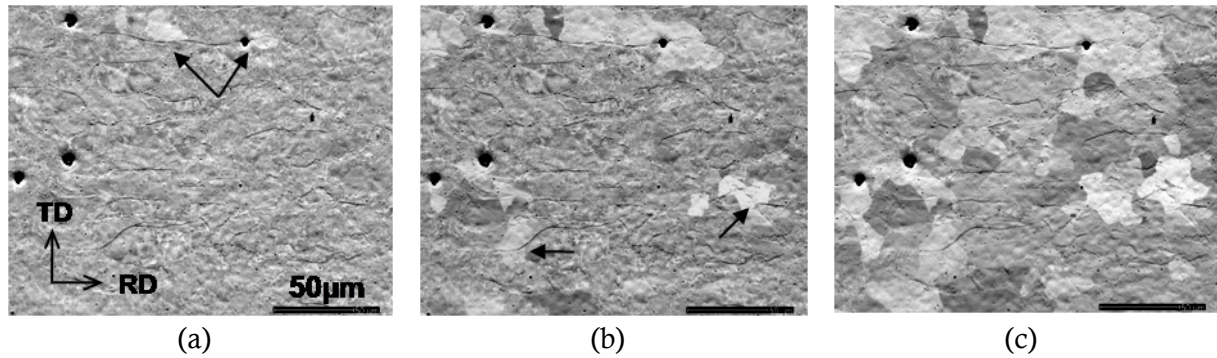


Figure 4.5.4 : Images en électrons rétrodiffusés à 750°C, apparition des premiers germes (a) puis début de croissance et apparition de nouveaux germes après 30s (b) et la microstructure à 80% recristallisée, 1min après le début de la recristallisation (c)

Chaque image est ensuite analysée séparément de façon à obtenir des informations concernant la vitesse de croissance des grains ou de migration des joints. Quatre grains facilement identifiables sur ces images ont été suivis au cours de la recristallisation. Les changements microstructuraux observés à 6s d'intervalles sont redessinés à l'aide d'un calque, image par image, en numérotant l'image à laquelle est apparue la modification : apparition du germe ou déplacement d'un joint. On obtient ainsi l'histoire de la forme de ces grains, notés 1 à 4 sur la Figure 4.5.5. Des extraits des images ayant servi à l'élaboration de ce calque sont présentés Figure 4.5.6.

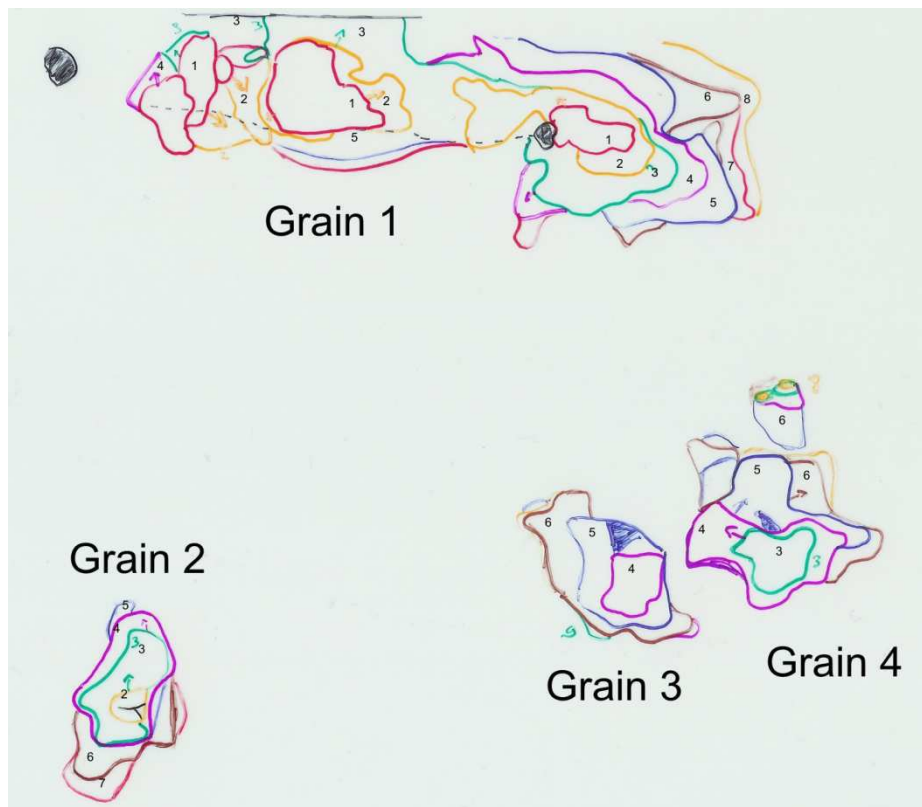


Figure 4.5.5 : Calque retraçant l'évolution de 4 grains au cours du recuit, les numéros indiquant à quelle image est apparu le changement de microstructure redessiné (6s séparent chaque image)

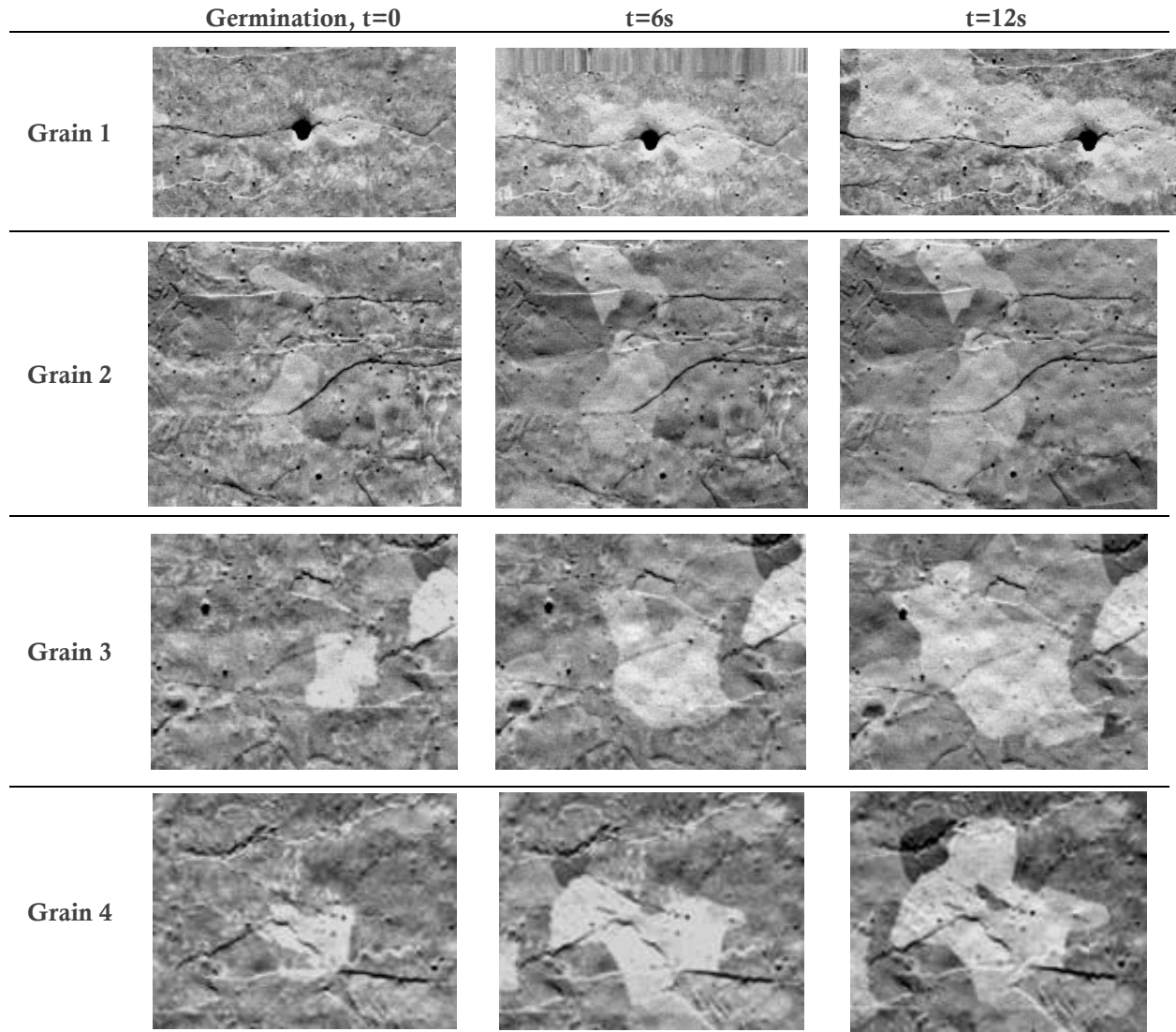


Figure 4.5.6 : Images en électrons rétrodiffusés à 0, 6s et 12s du début de la germination des 4 grains présentés Figure 4.5.5

Pour suivre la croissance de ces quatre grains, une analyse d'images à été réalisé en mesurant l'aire des grains dessinés sur le calque. La valeur moyenne pour les quatre grains est calculée pour chaque image et représentée en fonction du "temps depuis la germination" dans la Figure 4.5.7-a. L'abscisse représente ainsi la durée de vie du germe, différent du temps "absolu" puisque les germes apparaissent à différents moments. La vitesse de croissance des grains est maximale au début du processus de recristallisation, lorsque l'énergie stockée est importante autour des germes. Les nouveaux grains grossissent aux premiers instants à une vitesse qui dépasse les $40\mu\text{m}^2/\text{s}$ alors que la vitesse moyenne calculée entre la première et la dernière image, soit entre 0 et 80% de fraction recristallisée, est de $20\mu\text{m}^2/\text{s}$.

Sur chaque image il est également possible de déterminer l'aire des régions recristallisées pour ensuite calculer une fraction recristallisée de la zone observée en fonction du temps. Sur la Figure 4.5.7-b la vitesse de croissance des grains a été de nouveau tracée mais cette fois en fonction du

temps absolu, l'origine correspondant à l'apparition du premier germe. Sur le même graphique sont reportées en bleu les fractions recristallisées estimées. Il apparaît alors que l'aire des grains augmente de plus de $30\mu\text{m}^2/\text{s}$ puis seulement de quelques $\mu\text{m}^2/\text{s}$ dès lors que 50% du matériau est recristallisé.

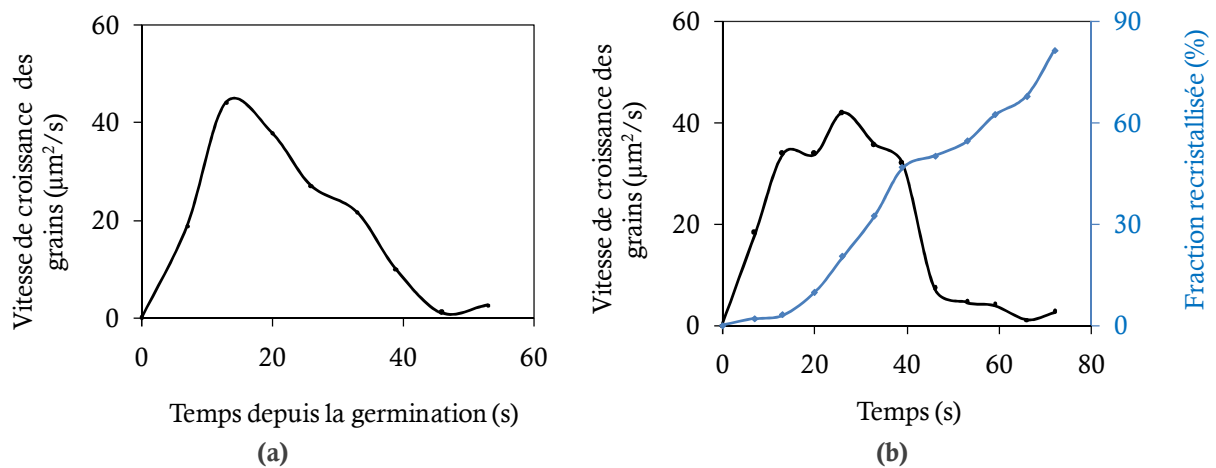


Figure 4.5.7 : (a) Vitesse de croissance des grains pendant la recristallisation en fonction du “temps depuis la germination” puis (b) en fonction du “temps absolu”, l'origine étant fixée à l'apparition du premier germe, avec la fraction recristallisée (en bleu) - estimations d'après les images acquises toutes les 6s en électrons rétrodiffusés

Vitesse de migration des joints de grains

Si la croissance des grains est plus rapide aux premiers instants de la vie du germe, c'est que les joints bougent plus rapidement lorsque l'énergie est importante. Avec la cartographie EBSD réalisée à l'état déformé, les désorientations entre chaque germe et ses premiers grains voisins sont mesurées. Les valeurs sont données dans le Tableau 4.5.1. On remarque qu'une désorientation élevée existe entre chaque germe suivi et ses premiers voisins, en moyenne 35° .

Germe	N1	N2	N3	N4	N5
1	33.6	44.2	47.8		
2	52.9	52.2	40.3		
3	29.3	29.4	30.0	31.7	39.6
4	25.0	33.0			

Tableau 4.5.1 : Désorientations entre chaque germe, notés 1 à 4, et ses grains voisins, notés N1 à N5

Une analyse de la vitesse des joints a alors été faite en regardant les grains voisins du germe comme illustré Figure 4.5.8. La vitesse est calculée en mesurant le déplacement du joint entre le germe et le centre du grain voisin. Les profils sont représentés pour les grains 1 et 2 en fonction de leurs trois voisins respectifs sur la Figure 4.5.9. Pour le grain 2, plus désorienté par rapport à ses voisins, les vitesses mesurées sont deux fois supérieures à celles du grain 1. D'autre part, lorsque les grains voisins deviennent complètement recristallisés, on observe une chute de la vitesse du joint les séparant du germe. Cependant nos observations ne permettent pas toujours d'expliquer

les variations de vitesses. Par exemple l'augmentation soudaine dans le grain 1 de la vitesse du joint dans le grain voisin N3 après 20s d'existence n'est reliée à aucune modification visible de la microstructure. Il est ici important de rappeler que l'on observe peut-être un phénomène de surface.

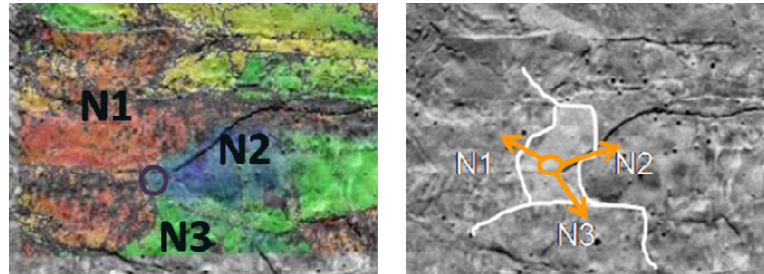


Figure 4.5.8 : Extraits d'une cartographie d'orientations du germe (grain 2) et de ses voisins N1, N2, N3 ayant servi aux mesures de désorientations et d'une image rétrodiffusée pour les mesures de vitesses de migration des joints de grain en fonction des voisins

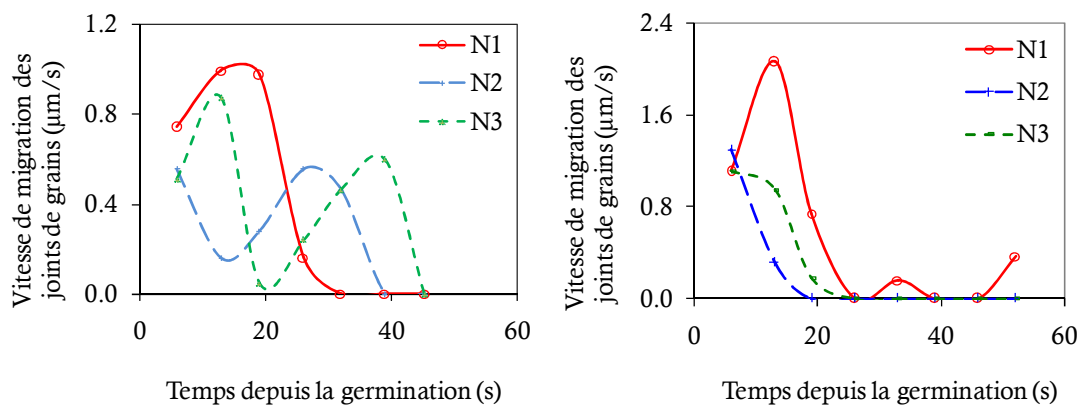


Figure 4.5.9 : Evolution des vitesses de migration des joints de grain séparant le grain 1 (gauche) ou le grain 2 (droite) et leurs 3 voisins notés N1, N2 et N3 au cours de la recristallisation

Les déplacements des joints de grains ont également été mesurés dans différentes directions : selon DL, DT et à 45° par rapport à DL. Les valeurs selon chacune des directions sont moyennées pour les quatre grains suivis. Une représentation de cette valeur moyenne de vitesse de migration des joints est donnée Figure 4.5.10, selon les directions étudiées, en fonction du "temps depuis la germination" de chacun des germes. Au cours des dix premières secondes d'existence de chaque germe, les joints bougent à une vitesse proche du micron par seconde, puis leur vitesse diminue avec le temps. Aucune des directions DL, DT ou 45° ne privilégie le déplacement des joints de grains.

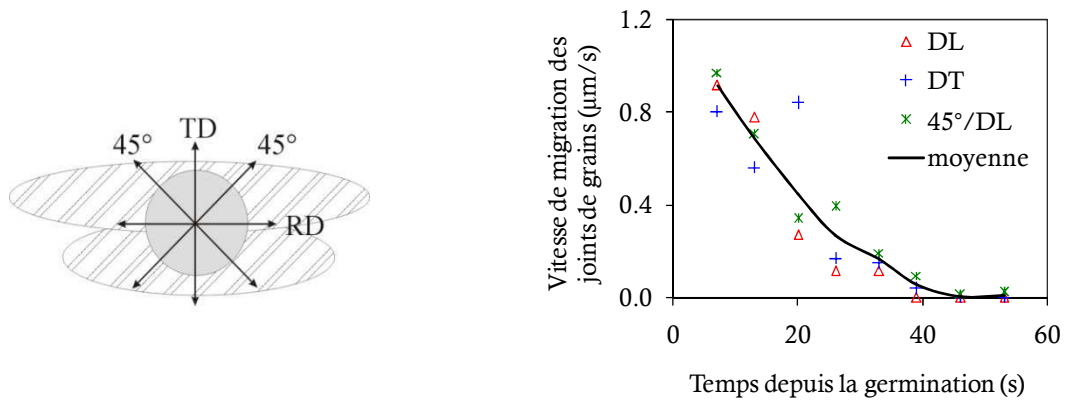


Figure 4.5.10 : Vitesse de migration des joints de grain pendant la recristallisation en fonction du "temps depuis la germination" et représentation schématique des directions choisies

Influence du cycle thermique

Nous avons en réalité pu mesurer une vitesse de migration de joint de grain pour trois échantillons, deux déformés à 60% mais avec des températures de recristallisation différentes (cycles thermiques différents) et un déformé à 75%.

Réduction@T _{rex}	$\Delta T/dt$ (°C/min)	$d(A)/dt$ ($\mu\text{m}^2/\text{s}$)	$d(RD)/dt$ ($\mu\text{m}/\text{s}$)	$d(TD)/dt$ ($\mu\text{m}/\text{s}$)	$d(45^\circ)/dt$ ($\mu\text{m}/\text{s}$)	$d(r)/dt$ ($\mu\text{m}/\text{s}$)
60@750	100	19.8	0.28	0.32	0.34	0.32
60@740	70	8.9	0.31	0.15	0.19	0.21
75@700	15	1.0	0.06	0.04	0.06	0.05

Tableau 4.5.2 : Vitesses de chauffage, de croissance et de migration pour les différentes expériences, calculée à partir de 4 grains pour 60@750, 5 grains pour 60@740 et 3 grains pour 75@700

La vitesse de chauffage influe énormément sur la cinétique de recristallisation comme on peut le voir dans le Tableau 4.5.2 avec les échantillons déformés à 60%. Une montée en température une fois et demie plus rapide entraîne une croissance des grains multipliée par deux ainsi qu'une migration des joints de grain une fois et demie plus rapide.

Estimation des vitesses à partir des mobilités

Dans les modèles de recristallisation, on introduit des valeurs de mobilités. Celles-ci sont reliées à la vitesse de migration V à partir de la relation $V=MP$ avec, M la mobilité et P la force utile à la migration. Il est donc intéressant de comparer nos valeurs expérimentales à celles calculées à partir de valeurs de mobilité.

La mobilité est exprimée comme une somme harmonique des mobilités intrinsèques et extrinsèques (reflétant ainsi un cumul d'obstacles) suivant l'équation : $\frac{1}{M} = \frac{1}{M_i} + \frac{1}{M_e}$ [78]

Le matériau étant bobiné à chaud, tous les TiC sont précipités. La composition chimique de l'IF et le produit de solubilité de TiC ont été utilisés pour calculer la fraction volumique de TiC présente dans le matériau. Le rayon initial de ces précipités est pris égal à 5nm.

La force utile à la recristallisation est définie comme la différence entre P_M la force due aux énergies de joints de grain et P_Z une force opposée due aux impuretés présentes dans le matériau. Cette force est souvent assimilée comme l'énergie stockée par le matériau pendant la déformation. Nous avons choisi ici de représenter les vitesses de migration pour des valeurs d'énergies comprises entre 5 et 20 J/mol (différentes lignes sur la Figure 4.5.11). Avec une valeur d'énergie stockée de 20 J/mol on obtient un très bon accord avec les résultats expérimentaux.

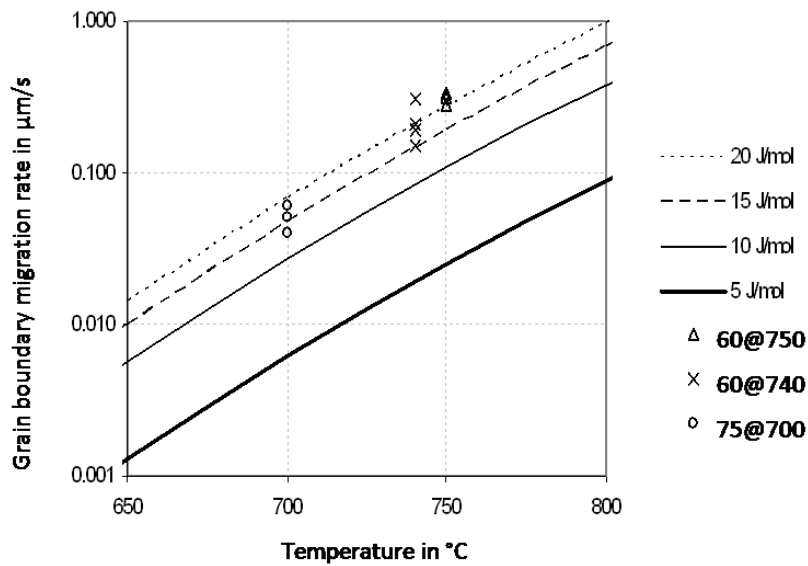


Figure 4.5.11 : Comparaison entre les vitesses de migration des joints de grain expérimentales et calculées en fonction des températures de recristallisation observées

4.5.2 Les désorientations

A partir des acquisitions EBSD, un calcul de désorientation locale a permis de mettre en évidence l'apparition des premiers germes dans les zones très fortement désorientées (symboles rouges dans la Figure 4.5.12). A la fin du recuit ces premiers grains à recristalliser sont exempts de désorientation au contraire des derniers grains déformés (symboles blanc) qui présentent toujours une forte désorientation locale. Ces grains toujours déformés présentaient les plus faibles désorientations locales avant le recuit.

Afin de compléter cette analyse, les désorientations locales ont également été calculées à partir des scans EBSD réalisés lors des recuits in-situ au LPMTM. De la même manière il s'avère que les premiers grains recristallisés proviennent des zones très déformées localement. On peut alors penser à un moyen d'extraire les orientations des futurs germes d'une cartographie d'un état déformé à l'aide de ce type de calcul. Ceci est illustré à partir d'un échantillon laminé également

jusque 61% à l'aide des Figure 4.5.13 et Figure 4.5.14 avec des calculs d'ODF sur des sélections réalisées à partir des indices de qualité ou de désorientations locales.

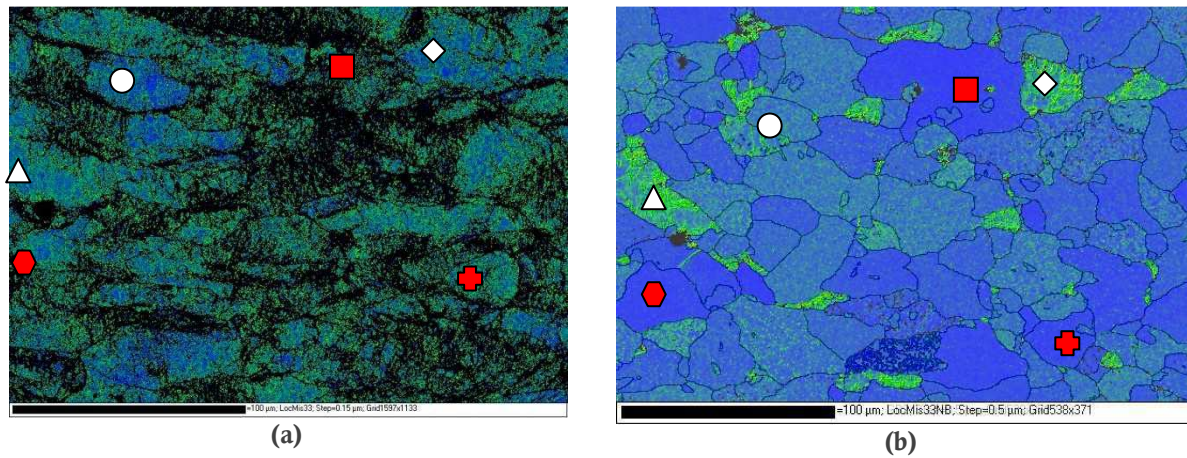


Figure 4.5.12 : Cartographies des désorientations locales (du bleu 0° au jaune 3°) superposées à l'indice de qualité (en noir apparaissent ainsi les pixels non indexés)

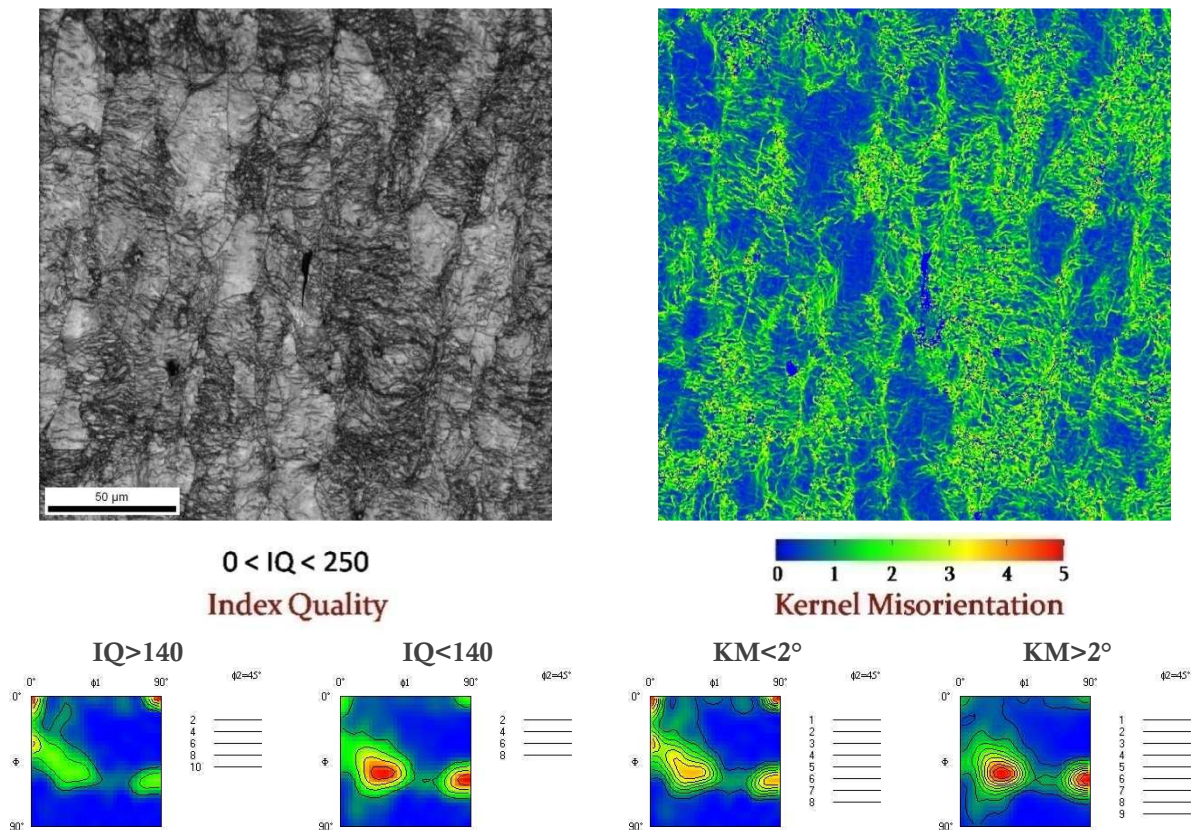


Figure 4.5.13 : Cartographie et calculs d'ODF à partir des indices de qualité ou des désorientations locales de l'état déformé (61-b)

Les zones encore déformées après recuit apparaissent en noir sur la cartographie en indice de qualité et en jaune sur celle en désorientation locale avec une bonne concordance entre les deux

types de représentation. Si l'indice de qualité a été utilisé afin de déterminer la fraction recristallisée d'un matériau [79], on remarque ici qu'avec un critère de désorientation locale on peut arriver au même résultat d'ODF. L'avantage du calcul de désorientation est qu'il ne dépend pas de l'état de préparation du matériau.

Les calculs de désorientations locales à l'état déformé mettent en évidence les orientations des sites de germination : les bandes de déformation, les zones affectées par les joints de grains ainsi que les zones très fragmentées.

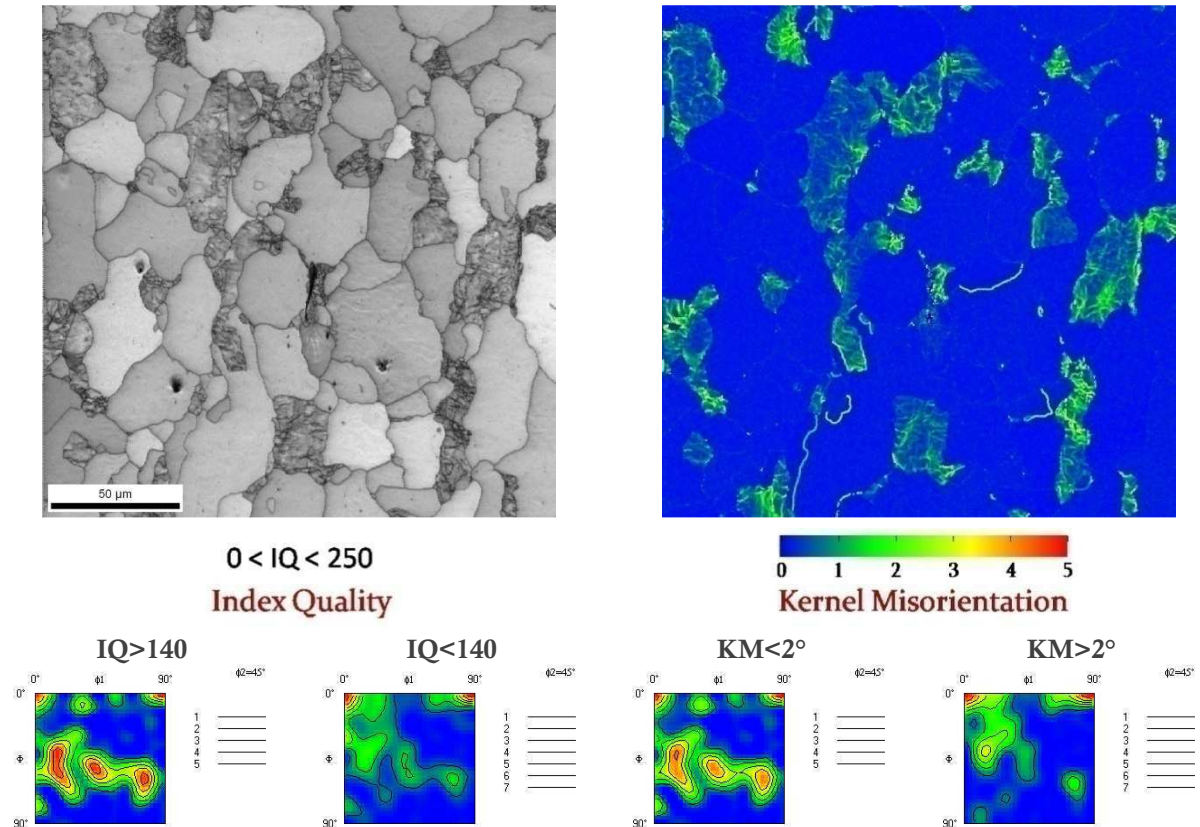


Figure 4.5.14 : Cartographie et calculs d'ODF à partir des indices de qualité ou des désorientations locales à la fin du recuit (90% recristallisé) (61-b)

4.5.3 Les paramètres importants

On s'aperçoit avec cette expérience in-situ que les grains ont des comportements différents selon leur orientation mais aussi selon leur morphologie. Si les joints de grains semblent être un lieu de germination préférentiel, tous les germes ne croissent pas en même temps. La mobilité des joints de grains n'est ni continue dans le temps, ni dans l'espace. Elle semble être très influencée par la sous-structure existante ainsi que par la température et la vitesse du recuit.

Les valeurs d'énergie stockée dans les grains, leur orientation mais aussi leur désorientation doivent être connues de façon statistique afin de comprendre leur importance dans la recristallisation.

Le chapitre suivant sera alors consacré à l'étude de l'état de déformation à l'échelle microscopique et à la caractérisation de ces grandeurs.

Chapitre 5

Les paramètres de la déformation

5.1 Introduction

Dans ce chapitre nous allons voir les différents types d'hétérogénéités qui se développent dans le matériau au cours de la déformation. Certaines traces témoignant de la déformation sont visibles sur les microstructures, certaines observées à l'échelle du MEB, d'autres uniquement détectables en MET. Ensuite nous nous attacherons à extraire des grandeurs des études EBSD afin de définir au mieux un "paramètre de la déformation" utile pour la modélisation.

5.2 Etude des bandes de glissement

La microscopie électronique à balayage permet de révéler des traces de glissement témoignant de la déformation du matériau (Figure 5.2.1). L'évolution de leur inclinaison par rapport à la direction de laminage (DL) ainsi que leur nombre ont été étudiés. On s'est également intéressé à leur origine : peut-il s'agir d'un plan de glissement $\{110\}$ ou $\{112\}$?

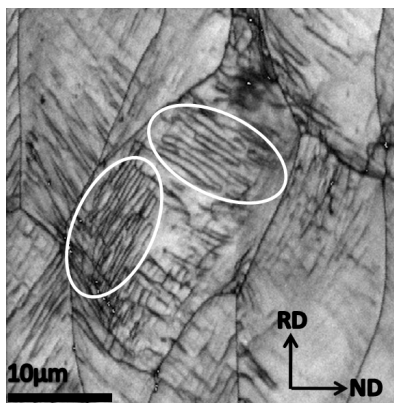


Figure 5.2.1 : Microstructure après 29% de réduction – Cartographie EBSD de la section transverse (pas d'indexation de 0,2µm) en indice de qualité révélant de nombreuses traces à l'intérieur des grains écrouis, deux familles à 90° l'une de l'autre sont présentes dans un même grain (entourés en blanc)

5.2.1 Propriétés microstructurales

Avant de s'intéresser aux données statistiques issues des analyses EBSD, regardons l'allure de ces bandes dans la section transverse grâce à la microscopie à force atomique (AFM). Cette technique permet d'analyser la topographie de surface des échantillons polis. L'AFM est parfois utilisée, couplée à l'EBSD [80,81], pour étudier les bandes de glissement émergentes. Les lignes observées en surface correspondent en effet à l'intersection d'un plan de glissement actif avec la surface du grain. La hauteur des marches créées à la surface de ce plan peut être reliée au nombre de dislocations émergentes. Nous rappelons ici brièvement le principe de l'AFM. Une pointe sonde est supportée par un micro-levier flexible. On distingue deux modes de fonctionnement : le mode contact où les images sont obtenues en balayant la surface avec la pointe, de façon à ce que la répulsion exercée par celle-ci reste constante au cours du balayage (image isoforce). Dans le mode non contact, le levier vibre à une fréquence proche de sa résonance. Les caractéristiques de l'oscillateur sont modifiées en présence de la surface. Les images sont obtenues en maintenant par exemple l'amplitude ou la fréquence de l'oscillation constante.

Un exemple de cartographie obtenue sur la face DT en mode contact sur un échantillon déformé à 76% et ayant subi un traitement thermique de 10min à 600°C est donné Figure 5.2.2. Les couleurs les plus foncées représentent les zones attaquées préférentiellement lors du polissage. Dans notre cas le polissage électrolytique induit une telle rugosité qu'il est difficile de déterminer quelle est réellement la hauteur des marches causée par le glissement. Nous pouvons simplement dire que le relief en surface est important, dépassant parfois 100nm comme le montre le profil de rugosité (en haut de la Figure 5.2.2, mesuré le long de la ligne blanche tracée sur la cartographie en deux dimensions).

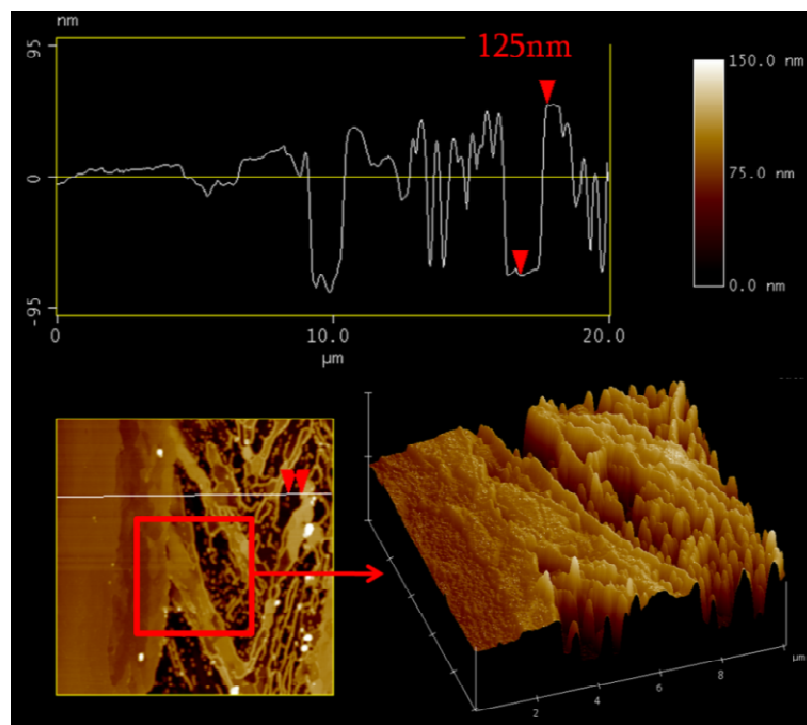


Figure 5.2.2 : Topographie d'un échantillon déformé à 76% après un traitement de restauration de 10min à 600°C, images et rugosité de la surface par AFM sur la section transverse

Pour mesurer l'inclinaison des bandes, nous nous sommes servis des cartographies EBSD de $100\mu\text{m} \times 100\mu\text{m}$ présentées Figure 4.1.4 réalisées avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$. Seuls les premiers taux de déformation ont été analysés, car, avec la déformation les traces sont de plus en plus nombreuses et au-delà de 51% de réduction, elles sont si nombreuses qu'elles sont difficilement identifiables.

L'inclinaison des bandes par rapport à DL a été mesurée en fonction de la déformation. Les valeurs, données dans le Tableau 5.2.1, montrent que l'angle moyen entre une trace et la direction de laminage diminue progressivement : autour de 40° pour 15% de réduction à moins de 30° pour 50% de réduction.

Réduction d'épaisseur (%)	Nombre de grains observés	Inclinaison moyenne des traces, angle selon DL ($^\circ$)	Ecart type ($^\circ$)
15	21	42,0	10,4
29	20	32,7	6,1
42	17	38,2	12,7
51	19	27,2	6,9

Tableau 5.2.1 : Inclinaisons des traces par rapport à DL et nombre de grains observés en fonction du taux de laminage

Il peut alors être intéressant de comparer cette inclinaison moyenne avec la trace macroscopique correspondant au cisaillement maximal que l'on pourrait observer sur la face DT dans le cas du laminage (cas de la croix du forgeron : cisaillement maximal observé à 45° de DL). Pour chaque taux de réduction, l'angle moyen entre les traces expérimentales et la direction de laminage est indiqué sur la Figure 5.2.3 ainsi que l'écart-type de ces mesures. En noir est reporté sur ce même graphique l'angle entre la trace « macroscopique » et DL du cas de la croix du forgeron.

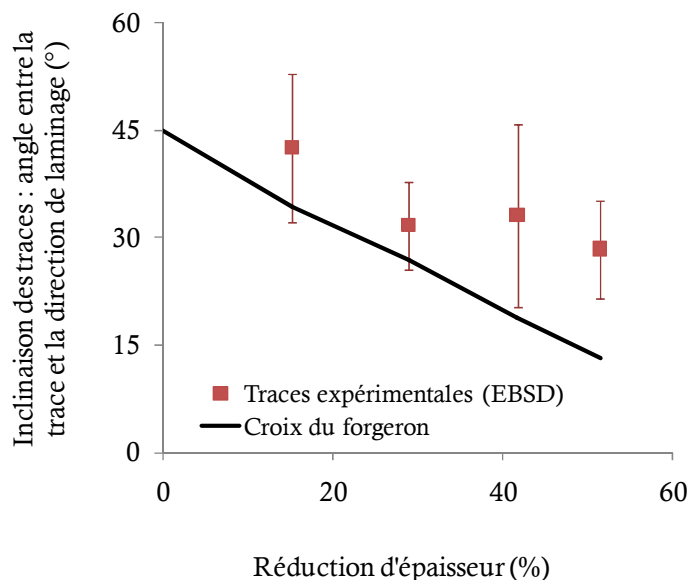


Figure 5.2.3 : Evolution de l'inclinaison des bandes observées sur la surface normale à DT en fonction du taux de réduction, les barres d'erreur représentent l'écart-type des mesures

Les bandes de déformations ont également été observées dans les coupes DL et DN. Un exemple de bandes mesurées sur la face normale d'un échantillon laminé à 42% est donné à la Figure 5.2.4. Des bandes très larges, bien définies, au sein de grains d'orientation proche de la fibre γ apparaissent en rouge sur cette figure. Leur orientation est à moins de 5° de la fibre γ tandis que l'orientation du grain où elles se situent est à 15° de cette fibre. Deux profils de désorientation ont été mesurés, l'un dans un grain de la fibre α (en bleu), l'autre dans un grain γ (en rouge), coupant des bandes de déformation.

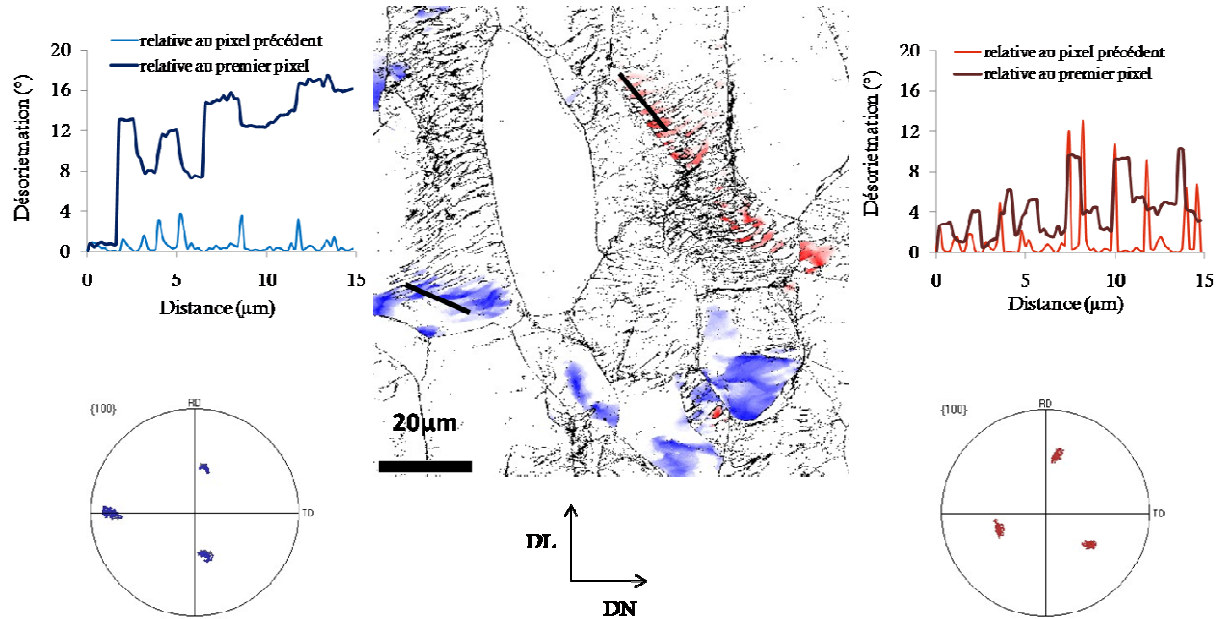


Figure 5.2.4 : Cartographie EBSD sur la face normale d'un échantillon déformé à 42%, pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$; en bleu la fibre α et en rouge la fibre γ prises à $\pm 5^\circ$ de l'orientation idéale

Si l'on trouve des bandes de la déformation dans les grains des deux fibres, les **désorientations mesurées de chaque côté d'une bande ne sont pas du même ordre de grandeur en fonction de l'orientation du grain où elles se situent**. La désorientation mesurée entre deux cellules séparée par une bande dans le grain de la fibre γ est élevée, pouvant atteindre près de 15° ; au contraire de celle mesurée dans le grain de la fibre α , inférieure à 3° .

D'autre part, il a été montré que les désorientations dans les grains de la fibre α étaient faibles mais se cumulaient le long d'une ligne [35]. Au contraire, dans les grains de la fibre γ , les désorientations entre deux pixels sont plus importantes mais ne se cumulent pas, ne créant pas de gradient d'orientation sur une longue distance.

Dans l'exemple présenté Figure 5.2.4 les désorientations se cumulent en effet le long de la ligne tracée dans le grain de la fibre α , provoquant ainsi un gradient de $0,8^\circ/\mu\text{m}$ contre $0,3^\circ/\mu\text{m}$ dans le grain de la fibre γ .

Une distribution homogène de la déformation, provoque, dans les grains la fibre α , l'apparition de traces de faible désorientation. En revanche, dans les grains la fibre γ , la déformation est

hétérogène, beaucoup de glissement est activé, entraînant la formation de larges bandes très désorientées.

5.2.2 Origine des bandes

Pour savoir si un plan de glissement $\{110\}$ ou $\{112\}$ est à l'origine de la trace de déformation observée, la déviation existant entre la bande de déformation observée au MEB et la trace expérimentale d'un plan (110) ou (112) a été mesurée à l'aide de figures de pôles.

Il faut néanmoins garder à l'esprit qu'une population d'orientations aléatoires a une plus grande probabilité de se trouver proche d'un pôle $\{112\}$ que $\{110\}$; les pôles $\{112\}$ étant plus nombreux. Par ailleurs, un calcul de désorientation minimum entre une trace parallèle à DL et un pôle $\{110\}$ ou $\{112\}$ a été effectué à partir d'une texture isotrope, soit 2016 orientations aléatoires (Cabus [3]). Un tiers de ces orientations aléatoires se trouvent à moins de 5° d'un pôle $\{110\}$ et la moitié d'entre elles à moins de 5° d'un pôle $\{112\}$. Compte tenu de la très forte probabilité d'une trace quelconque de se trouver près d'un pôle $\{112\}$, une étude sur l'origine possible de la trace a été réalisée dans un premier temps sur les pôles $\{110\}$. La méthode est illustrée Figure 5.2.6.

Les proportions de bandes analysées pouvant provenir d'un plan de glissement (110) pour chacun des taux de réduction étudiés sont présentées en Figure 5.2.5. Pour les premiers taux de déformation, le nombre de bandes à moins de 5° d'un pôle $\langle 110 \rangle$ est plus faible que la probabilité pour une population d'orientations aléatoires de s'y trouver (droite en pointillés, probabilité de 30%). L'analyse pour ce taux de déformation a alors été menée sur les pôles $\langle 112 \rangle$. Il s'avère que tous les pôles à plus de 5° d'un pôle $\langle 110 \rangle$ se trouvent en fait à moins de 5° d'un pôle $\langle 112 \rangle$. Mais dès lors que la déformation augmente on trouve que 70% des bandes se trouvent à moins de 5° d'un pôle $\langle 110 \rangle$, soit deux fois plus que dans le cas d'une population d'orientations aléatoires.

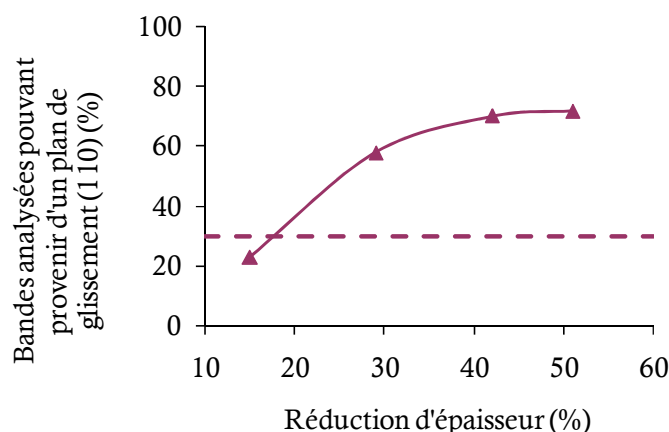
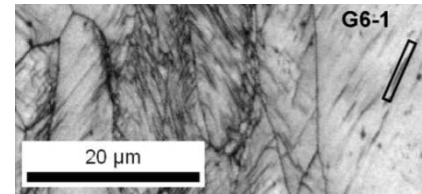


Figure 5.2.5 : Nombre de bandes à moins de 5° d'un pôle $\langle 110 \rangle$ en fonction de la déformation, en pointillés le taux de ces bandes dans le cas d'une population aléatoire

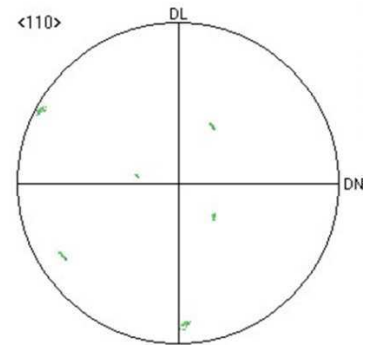
³ C. Cabus : "Etude et modélisation des textures de transformation de phases dans les aciers destinés à l'emboutissage", Thèse de l'Université Paris 13 (2005), CIFRE ArcelorMittal

1) Les bandes sont identifiées sur les cartographies EBSD (ici en indice de qualité) et l'angle formé entre cette bande et la direction de laminage est mesuré.

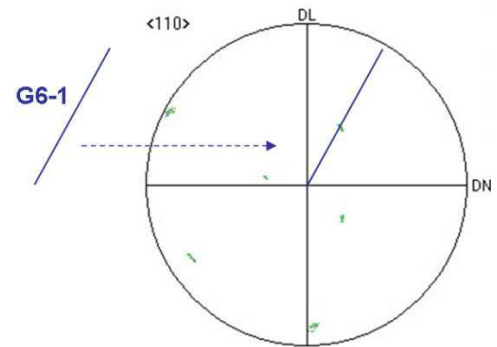


2) A l'aide du logiciel HKL, on crée, pour chaque trace observée expérimentalement, un subset d'environ 10 pixels, pris à l'intérieur de la bande lorsque celle-ci est suffisamment large ou bien sinon au voisinage de cette trace.

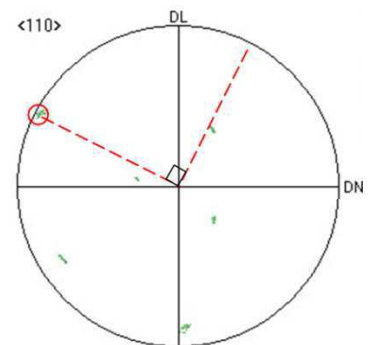
La figure de pôles {110} construite à partir de ces pixels est alors tracée.



3) La bande de déformation précédemment indexée (G6-1) est reportée (en bleu) sur la figure de pôles selon son inclinaison, déterminée sur la cartographie EBSD.



4) L'orientation (en vert) ayant la trace d'un plan (110) (en pointillés rouge) la plus proche de la ligne bleue est sélectionnée.



5) L'angle entre ces deux lignes est mesuré. C'est la déviation entre la bande de déformation et la trace expérimentale d'un plan (110).

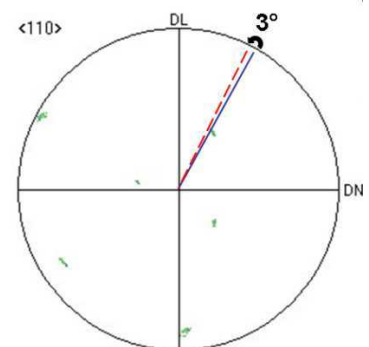
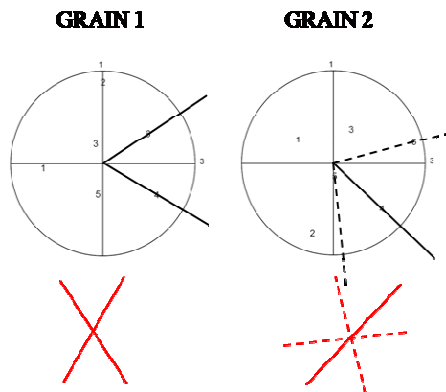


Figure 5.2.6 : Illustration de la méthode d'analyse des traces de déformation visibles au MEB, exemple sur un extrait d'une cartographie EBSD après 42% de réduction

On peut alors se demander si au début de la déformation l'activation de systèmes (112) n'est pas plus importante que pour (110), laissant plus de traces visibles sur la microstructure. Nous avons alors simulé un laminage jusqu'à 51% avec un modèle de Taylor à partir d'une texture isotrope composée de 2016 orientations. Aucune différence d'activité n'est décelée entre les 24 systèmes considérés jusqu'à $\epsilon=0,1$. Ensuite six systèmes présentent plus d'activité mais, en moyenne, sur l'ensemble des systèmes contenus dans les plans {110} et {112} l'activité est identique.

De façon plus locale, la modélisation nous a permis d'établir une correspondance entre ces systèmes actifs et la microstructure. Pour chaque grain étudié, son orientation moyenne est mesurée. À l'aide d'un modèle de Taylor on regarde quels sont les systèmes les plus actifs pour ces orientations. On les reporte sur une figure de pôle {110} et l'on détermine leur trace comme illustré Figure 5.2.7. On reporte alors ces traces en rouge sur la cartographie EBSD comme par exemple celle présentée Figure 5.2.8. Les pointillés signalent une activité plus faible que le trait plein. Ensuite les traces observées expérimentalement par EBSD sont identifiées et leur inclinaison moyenne (entre bandes quasi parallèles) reportée en jaune sur cette même cartographie.

On observe une très bonne correspondance entre trace expérimentale et trace du plan (110) du système le plus actif prédit par un modèle de Taylor (désaccord pour un seul des grains étudiés sur la Figure 5.2.8). Si les traces peuvent provenir d'un plan de glissement {110} ou {112}, le choix se fait, pour chaque orientation, en fonction du système le plus activé au cours de la déformation.



Pour le grain noté 1, les systèmes les plus actifs (de même activité) sont ceux notés 4 et 6 sur la figure de pôle.

Pour le grain 2 c'est le système noté 4 qui est le plus actif mais les systèmes 5 et 6 présentent également une forte activité, leurs traces sont alors dessinées en pointillés.

Figure 5.2.7 : Détermination des traces théoriques des plans de glissements les plus actifs pour chacun des grains sur des figures de pôles {110}

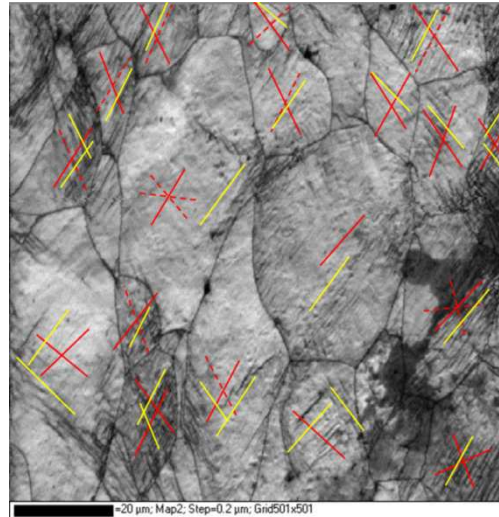


Figure 5.2.8 : Cartographie EBSD en indices de qualité sur la tranche d'un échantillon laminé de 29%, en jaune est reportée la direction moyenne par grain d'une ou deux familles de bandes visibles dans ce grain, en rouge la trace des plans de glissement les plus actifs

De nombreuses traces de la déformation ont été observées à l'échelle du MEB, sous forme de bandes larges, très désorientées dans les grains appartenant majoritairement à la fibre γ ; et d'autres très fines, de faible désorientation, dans les grains appartenant majoritairement à la fibre α . Ces traces, observées à $\pm 35^\circ$ par rapport à DL sont certainement les témoins d'un glissement important d'un plan $\{112\}$ ou $\{110\}$ du système le plus actif du grain, donc fonction de son orientation cristallographique.

5.3 La microstructure à l'échelle du MET

La déformation est hétérogène dès ses premiers stades : deux microstructures très différentes sont observées sur une même lame mince, préparée dans la section transversale d'un échantillon laminé à 42%. Sur la micrographie MET en champ clair Figure 5.3.1 on observe des cellules très allongées, mais sur celle présentée Figure 5.3.2 les cellules sont au contraire presque équiaxes.

Sur la gauche de la Figure 5.3.1 les cellules de dislocations sont inclinées à 35° de DL contre 25° pour les cellules près du joint de grain, tout à fait à droite de la micrographie. On retrouve des valeurs proches des inclinaisons des bandes de déformation mesurées à l'échelle du MEB. En revanche, l'inclinaison des parois des cellules équiaxes est de 28° et 56° par rapport à DL, soit à 96° l'une de l'autre.

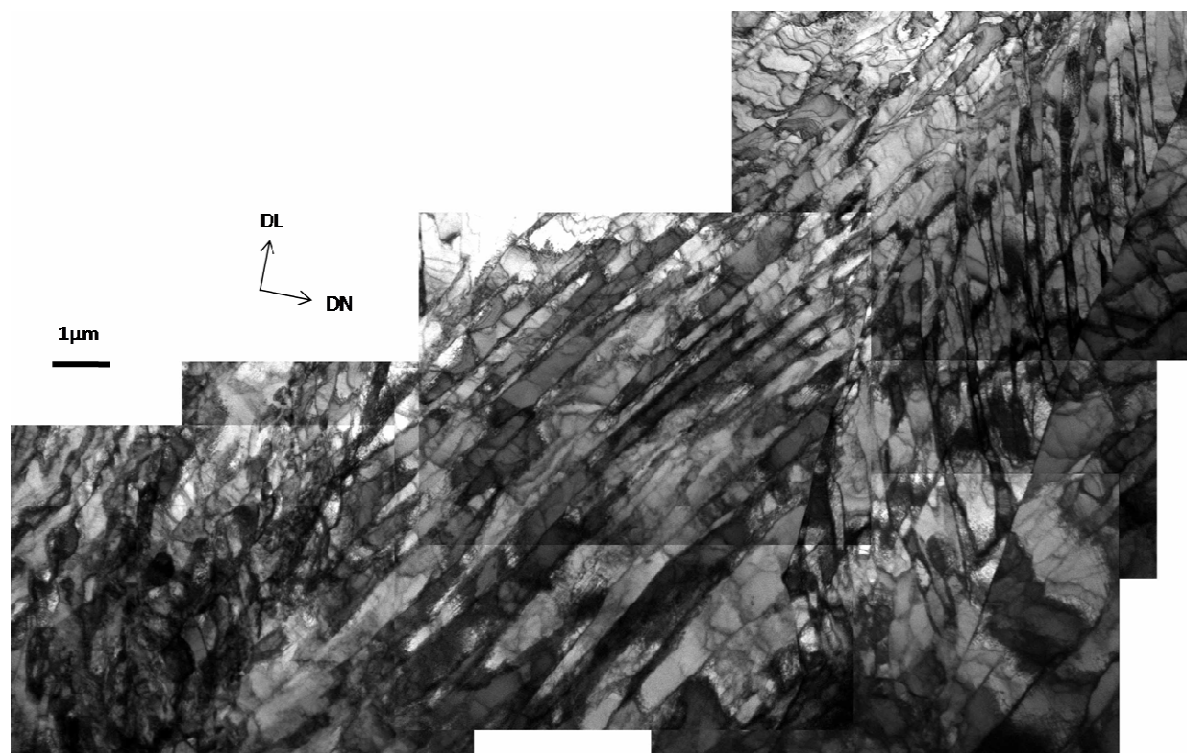


Figure 5.3.1 : Micrographie MET en champ clair après 42% de déformation, plan d'observation proche de DT (valeurs faibles de tilt)

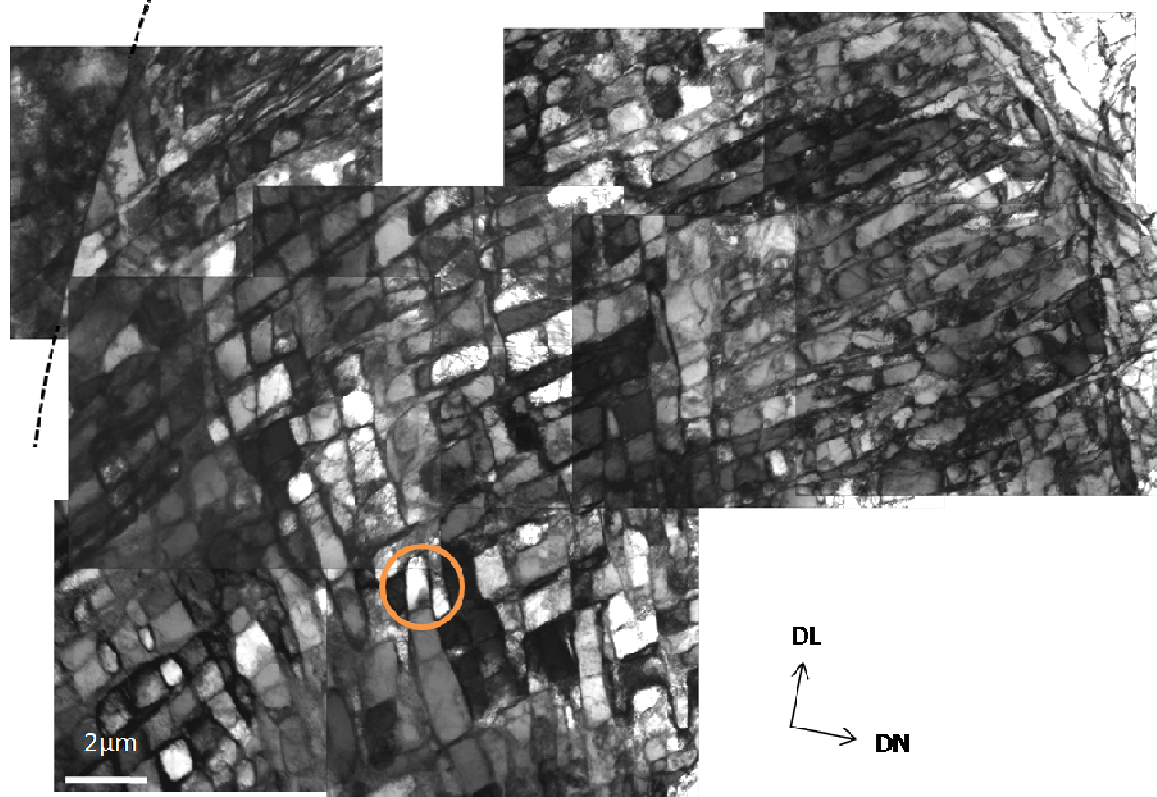


Figure 5.3.2 : Micrographie MET en champ clair après 42% de déformation, plan d'observation proche de DT (valeurs faibles de tilt), en pointillés est indiqué un joint de grain

Sur la Figure 5.3.2, un détail de la microstructure est entouré afin de reconnaître la zone analysée en indexation automatique par le système ACOM, présentée dans les figures suivantes. La zone scannée est celle photographiée en champ clair (a). Les cartographies suivantes sont obtenues à la suite de ce scan, via le logiciel HKL.

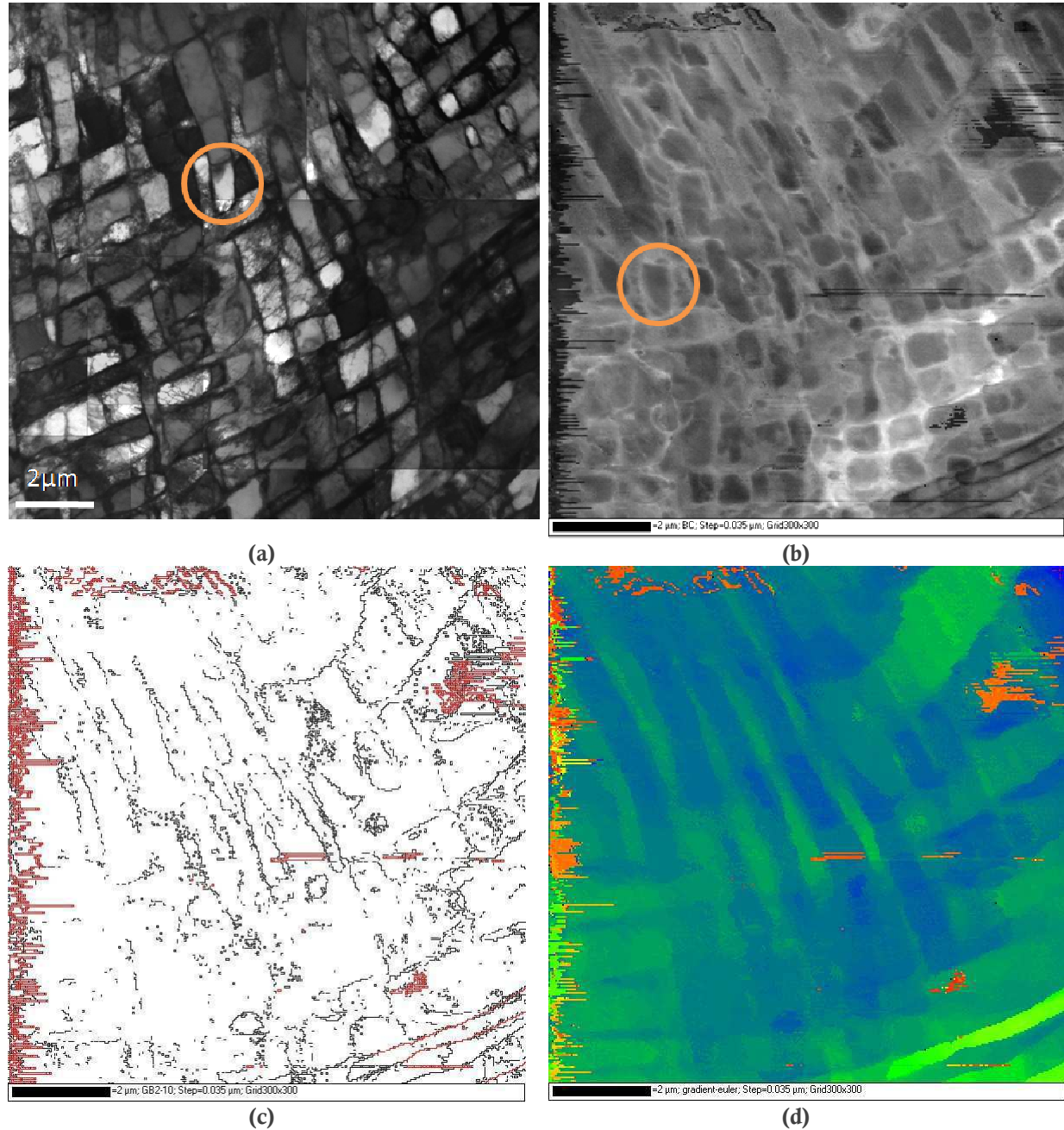


Figure 5.3.3 : Etude de la désorientation locale par MET / ACOM d'un échantillon déformé à 42%, observation dans la section transverse avec un pas de 35nm – (a) Micrographie MET en champ clair ; (b) à d) Cartographies obtenues grâce au logiciel de dépouillement HKL : (b) en indice de qualité basé sur l'indice de robustesse, (c) en révélant uniquement les joints de désorientations supérieures à 2° en noir et à 10° en rouge (d) en révélant un gradient d'orientations, déviations calculées à partir du premier pixel de la cartographie.

En chaque pixel indexé on connaît les valeurs des angles d'Euler ainsi que le paramètre de "robustesse"⁴ R grâce au système ACOM, défini de la façon suivante :

$$R = 100 \left(1 - \frac{Q_2}{Q_1} \right)$$

avec Q_1 et Q_2 les deux valeurs les plus élevées de Q_i pour des solutions distinctes d'indexation du cliché ; Q_i étant un indice de corrélation entre chaque cliché expérimental et les clichés théoriques proposés pour l'indexation.

Lorsque R tend vers 100 la sélection de l'orientation est sûre, en dessous de 15, la probabilité d'erreur d'indexation est élevée. A titre d'exemple, sur la zone analysée ici, R varie entre 27 et 73.

Malgré la microstructure très fine composée de cellules de tailles très différentes, les orientations ne diffèrent que peu sur l'ensemble de la zone observée. Connaissant la position de la direction de laminage nous avons retrouvé l'orientation de ce grain analysé, désorienté de moins de 10° de la fibre α . Nous avons ensuite choisi une représentation en niveaux de gris Figure 5.3.3-(b) basée sur l'indice de robustesse avec, en clair, les valeurs les plus élevées de R. On reconnaît assez bien avec ce type de représentation la microstructure observée au MET en champ clair.

Figure 5.3.3-(c) sont dessinées les désorientations supérieures à 2° en noir et à 10° en rouge. On s'aperçoit alors que la désorientation entre les cellules observées précédemment en niveaux de gris est parfois inférieure à 2°. Seules les parois de dislocations verticales dans la cartographie ont des désorientations supérieures à 2°. En dessinant toutes les désorientations supérieures au degré, on reconnaît aussi les parois horizontales mais cette représentation est délicate, la résolution angulaire avec cette méthode étant proche du degré.

Pour révéler la présence d'un gradient d'orientation nous avons opté, Figure 5.3.3-(d), pour la représentation de la déviation entre chaque pixel de la cartographie et le premier pixel (en haut à gauche). En bleu apparaissent les déviations nulles, en vert celles supérieures à 10° et en orange au-delà de 20°. Malgré les faibles valeurs de désorientations mesurées, une reconstruction de la microstructure est possible.

La même analyse au MET avec le système d'indexation automatique ACOM a ensuite été menée sur un échantillon déformé de 42% comme précédemment mais cette fois après traitement de restauration. Deux zones très différentes d'une même lame ont été scannées. Les cartographies obtenues sont présentées Figure 5.3.4 et Figure 5.3.5. Elles ne permettent pas de révéler de profondes différences en terme de désorientations entre l'état déformé et l'état restauré. Les désorientations supérieures à 2° sont toujours présentes dans le matériau.

⁴ E.R. Rauch, A. Duft, "Orientation maps derived from TEM diffraction patterns collected with an external CCD camera", ICOTOM 14, Leuven (2005)

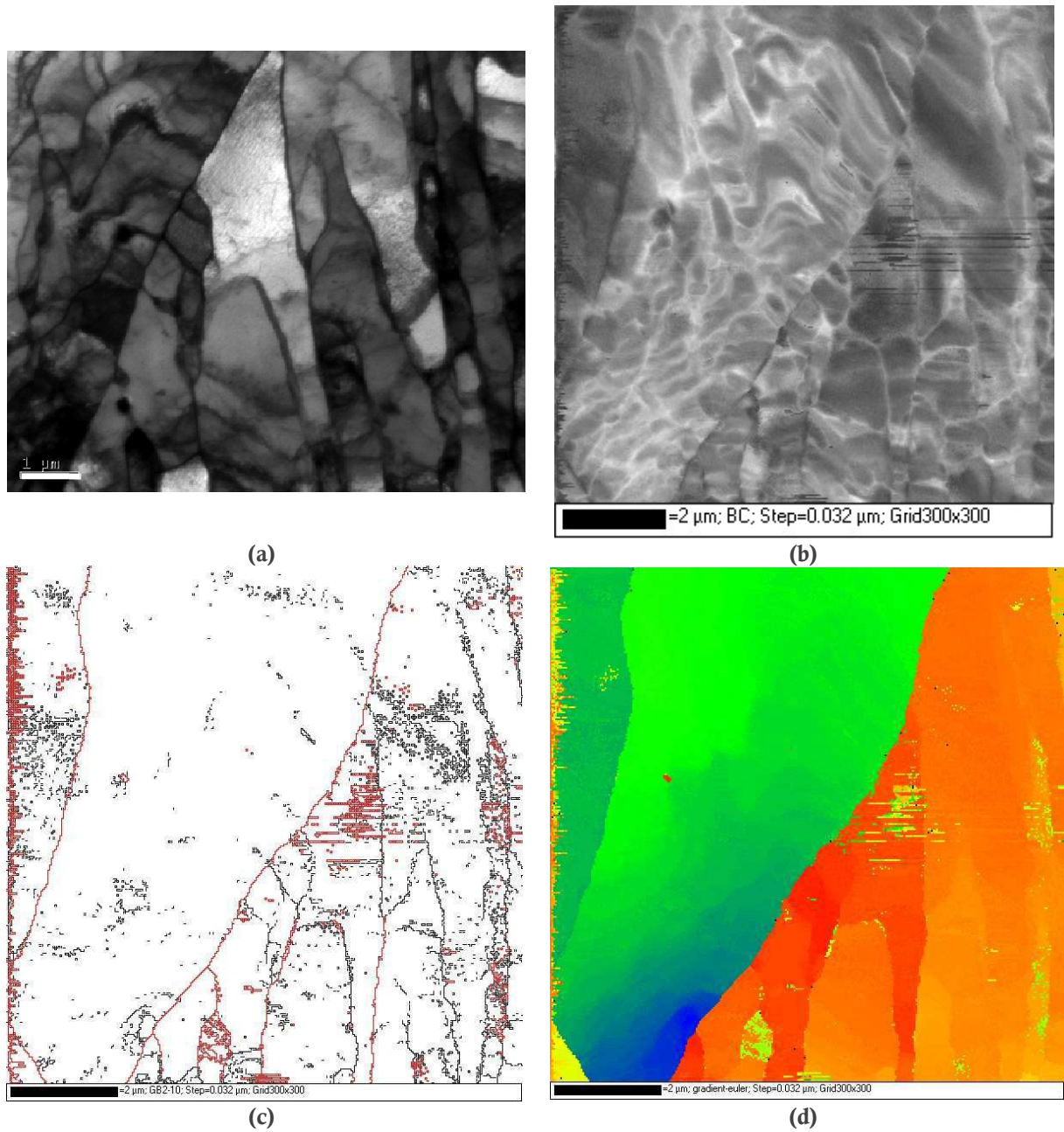


Figure 5.3.4 : Etude de la désorientation locale par MET / ACOM d'un échantillon déformé à 42% ayant subi un traitement de restauration, observation dans la section transverse avec un pas de 32nm (a) micrographie MET en champ clair ; (b à d) cartographies obtenues grâce au logiciel de dépouillement HKL : (b) en indice de qualité basé sur l'indice de robustesse R, (c) en révélant les joints de désorientations supérieures à 2° en noir et à 10° en rouge, (d) déviation calculée à partir du pixel au centre de la cartographie.

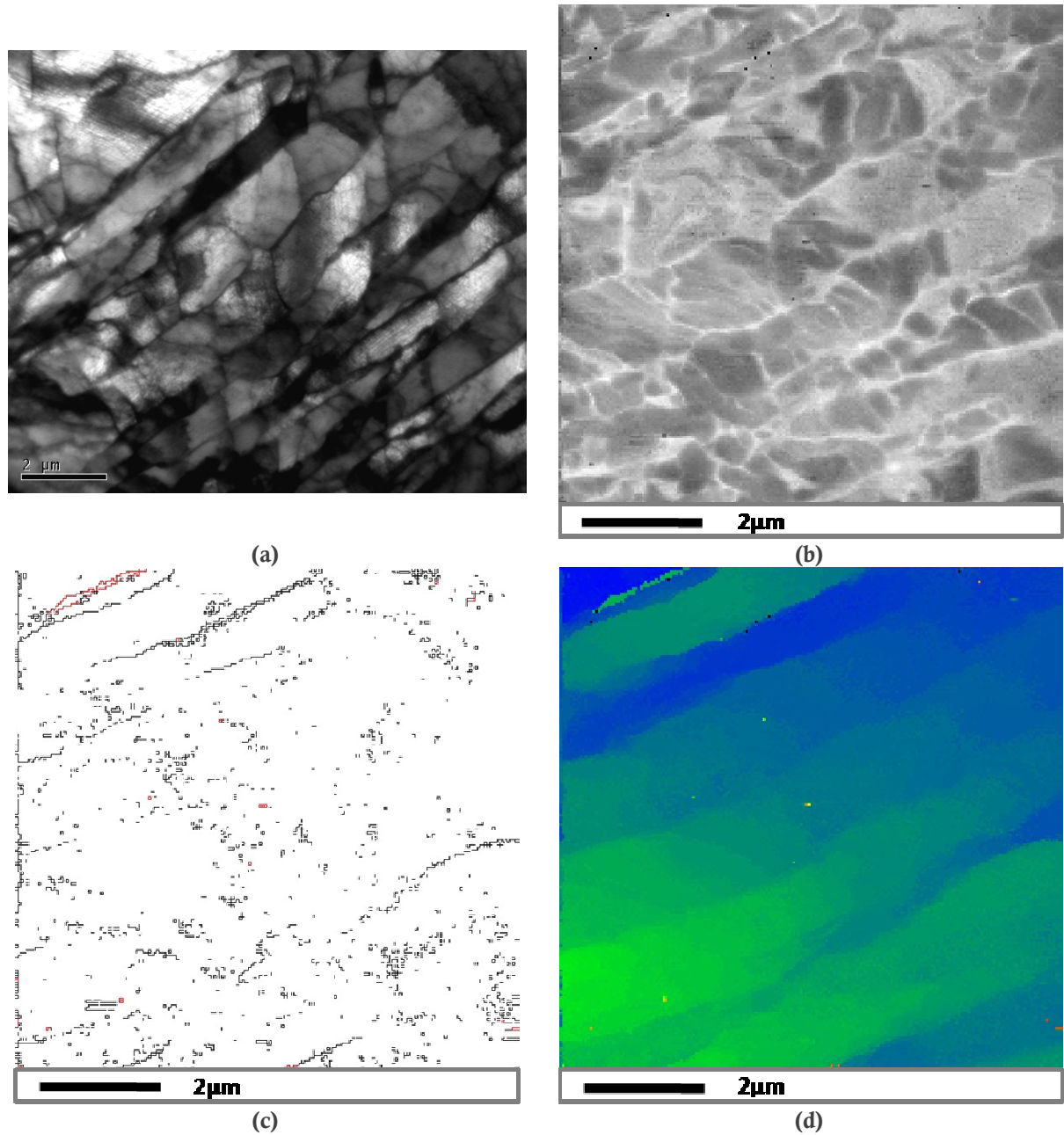


Figure 5.3.5 : Etude de la désorientation locale par MET / ACOM d'un échantillon déformé à 42% ayant subi un traitement de restauration, observation dans la section transverse avec un pas de 42nm (a) micrographie MET en champ clair ; (b à d) cartographies obtenues grâce au logiciel de dépouillement HKL : (b) en indice de qualité basé sur l'indice de robustesse R, (c) en révélant les joints de désorientations supérieures à 2° en noir et à 10° en rouge, (d) en révélant un gradient d'orientations, déviation calculée à partir du premier pixel de la cartographie.

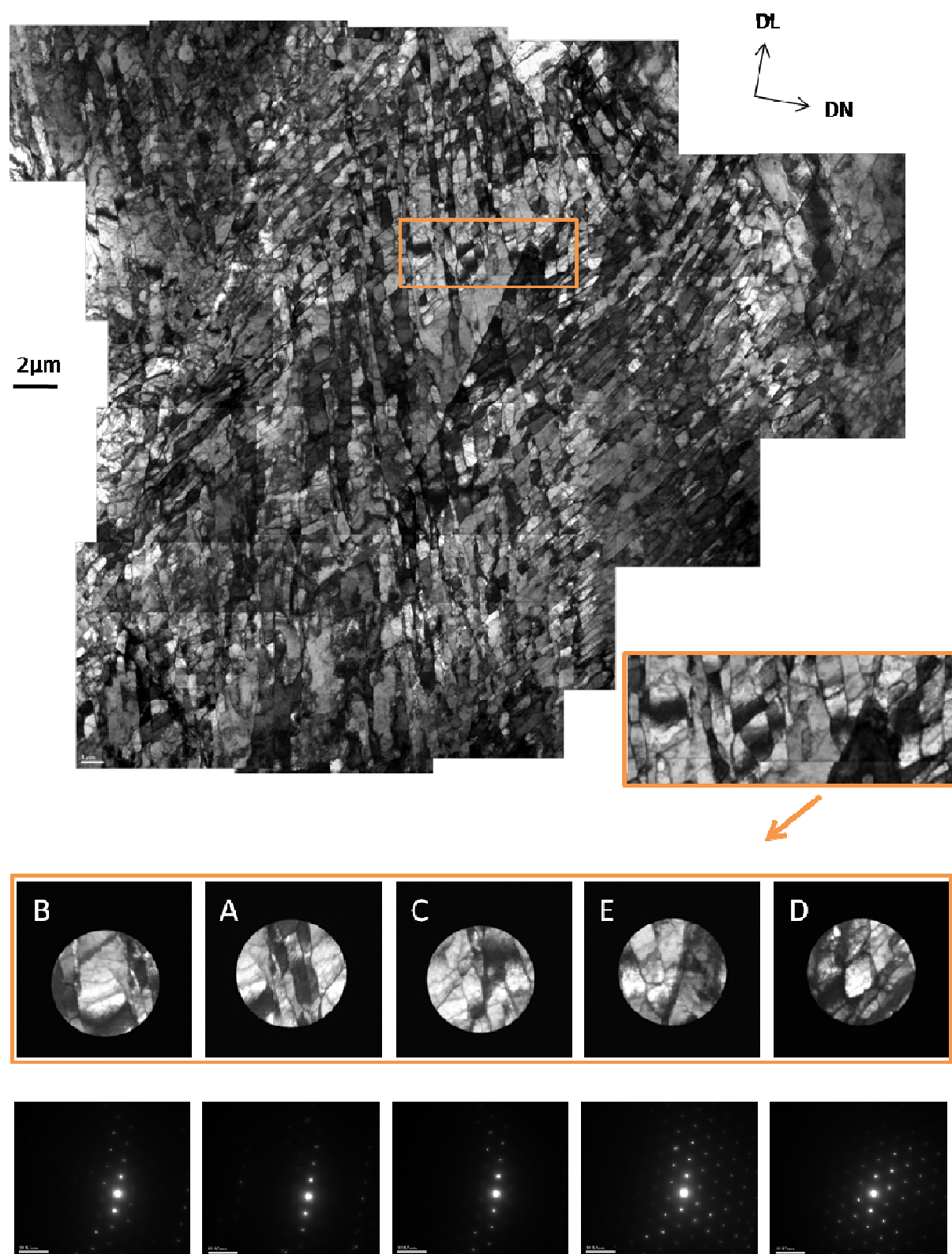


Figure 5.3.6 : Etude par MET d'une lame mince d'un échantillon restauré après 42% de réduction, cartographie en champ clair et clichés de diffraction de part et d'autre du joint de grain visualisé en (E)

La même lame mince a été étudiée au MET sans indexation automatique. En collant plusieurs micrographies en champ clair on obtient la cartographie présentée Figure 5.3.6.

A gauche du joint de grain on trouve des cellules allongées, qui semblent déjà fragmentées. A droite du joint de grain, on remarque une rotation des cellules, alignées dans le bas de la cartographie à 45° de DL puis seulement à 39° de DL dans le haut de l'image. Quelques clichés de diffraction de chaque côté du joint, dans la zone encadrée en orange, sont reproduits en bas de la figure. Connaissant la direction de laminage et observant un axe de zone [111] mesuré dans le plan DT (D), nous savons qu'à droite du joint, le grain a une orientation proche de $\{112\}\langle 110\rangle$. Les clichés A, B et C indiquent que la désorientation de l'autre côté du joint s'effectue autour de DL.

Des échantillons moins déformés, de 15% et 29% de réduction d'épaisseur ont été observés après traitement de restauration par MET. Comme précédemment, des collages de micrographies en champ clair ont été réalisés.

Après un laminage de 15% (Figure 5.3.7) des parois de dislocations sont déjà formées à 20° et 53° de DL. Quelques cellules équiaxes sont même visibles dans le bas de l'image. Les dislocations sont toujours très présentes dans les cellules, notamment dans les cellules allongées. Le traitement thermique à 600°C n'a manifestement pas beaucoup restauré cette microstructure.



Figure 5.3.7 : Cartographie en champ clair d'une lame mince d'un échantillon restauré après 15% de réduction, plan d'observation proche de DT (faibles valeurs de tilt)

Pour l'échantillon laminé à 29%, la restauration semble avoir débuté dans les cellules équiaxes visibles sur la Figure 5.3.8 à proximité d'un joint de grain. Les parois de ces cellules sont courbées, leur mobilité est sans doute élevée. Toutefois, sur le même échantillon, l'étude d'une autre lame mince, Figure 5.3.9, montre qu'il reste, après ce traitement de restauration, de fines cellules allongées qui comportent toujours de nombreuses dislocations.

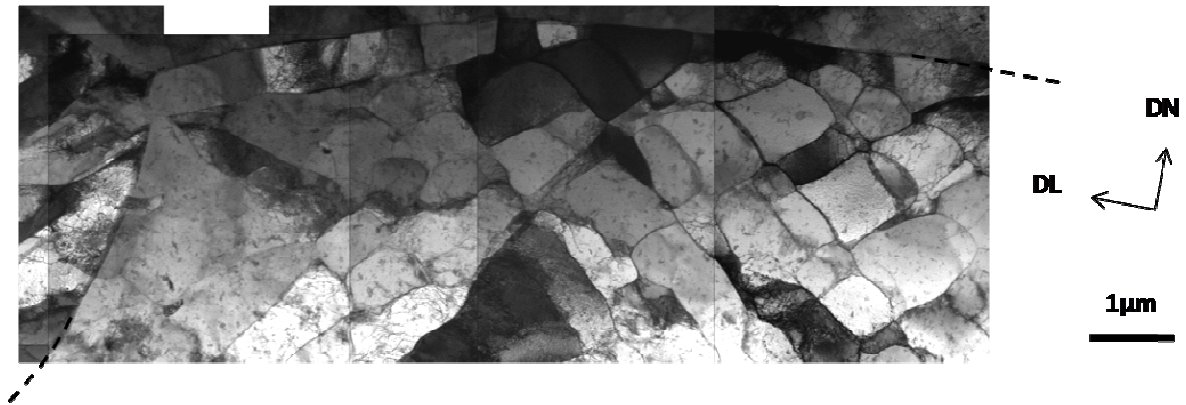


Figure 5.3.8 : Cartographie en champ clair d'une lame mince d'un échantillon restauré après 29% de réduction, plan d'observation proche de DT, en pointillés sont indiqués les joints de grain

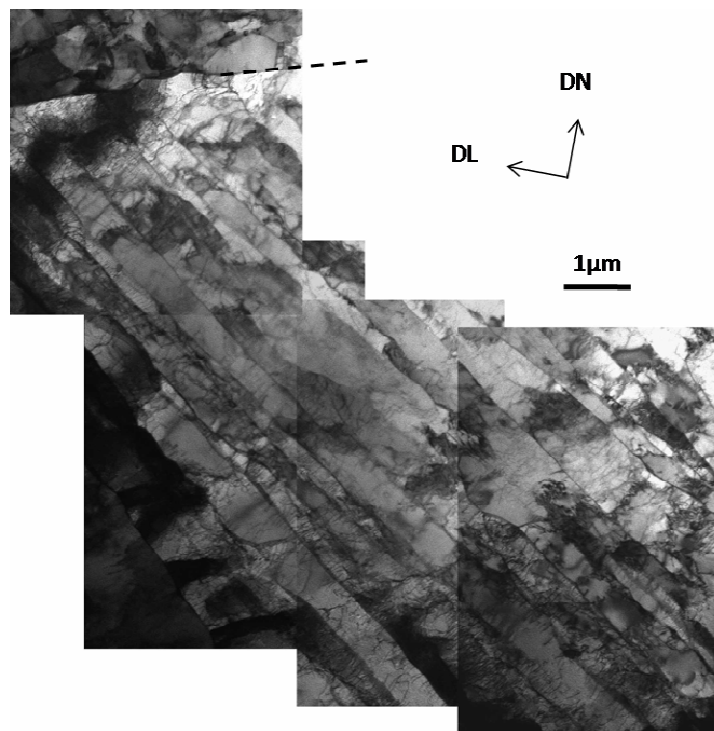


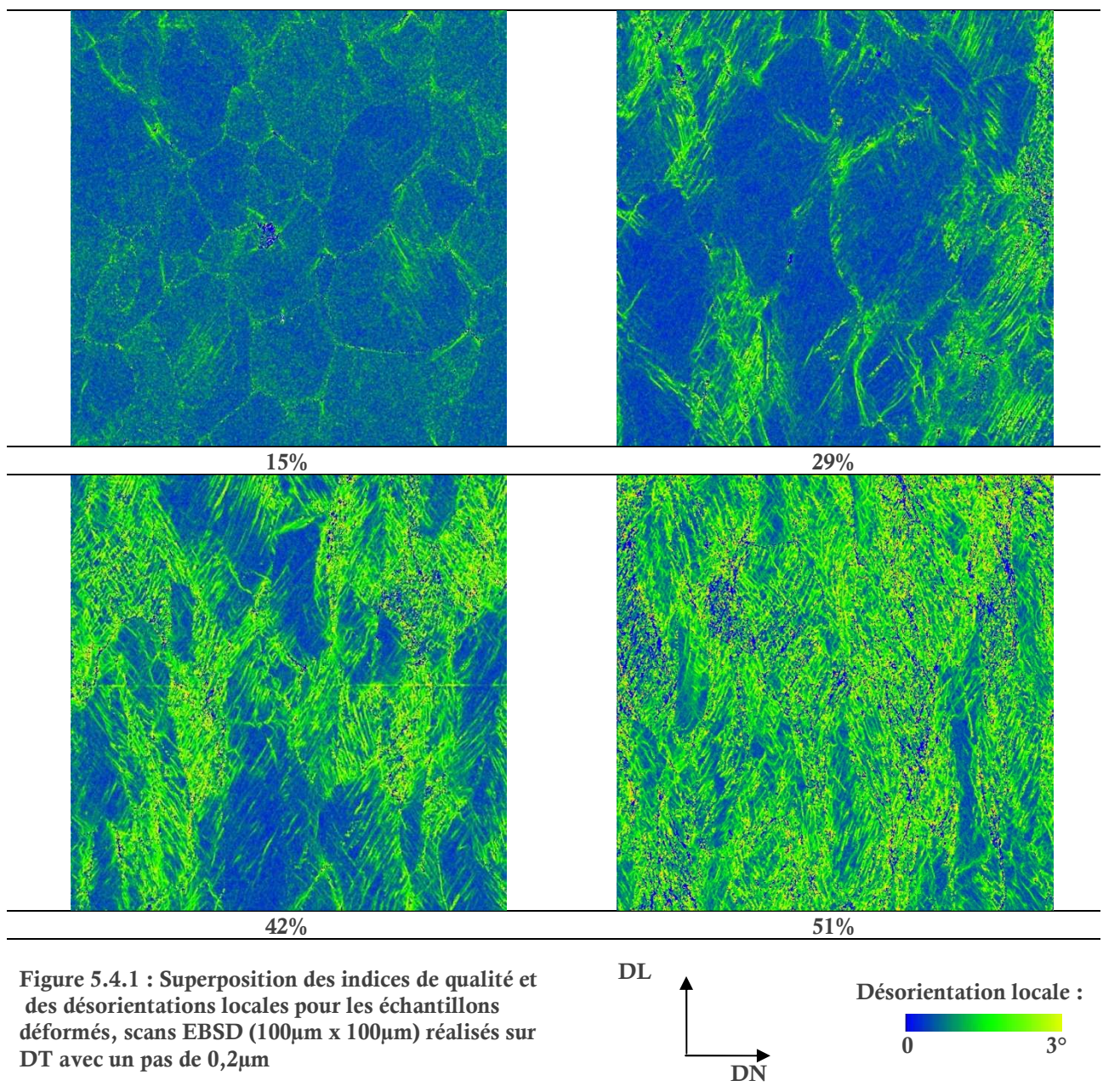
Figure 5.3.9 : Cartographie en champ clair d'une lame mince d'un échantillon restauré après 29% de réduction, plan d'observation proche de DT, en pointillés est indiqué un joint de grain

Notre étude des faibles taux de déformations au MET indique que les microstructures sont très hétérogènes, des zones de quelques μm^2 d'une même lame mince peuvent contenir des cellules allongées et d'autres équiaxes. Les zones observées au MET, peu nombreuses n'ont pas permis de mettre en avant des modifications de désorientations importantes après un traitement de restauration. La section suivante est dédiée à l'étude des désorientations de façon plus statistique, par EBSD.

5.4 Les désorientations

5.4.1 Désorientations locales

A partir des scans EBSD réalisés sur l'ensemble des taux de déformation, on peut étudier l'évolution des désorientations locales avec la déformation. Un exemple de calcul de désorientation en considérant uniquement les premiers pixels voisins est donné Figure 5.4.1 pour les quatre premiers taux de déformation. Seules les désorientations entre deux pixels voisins inférieures à 5° sont prises en considération dans ce calcul. Les cartographies EBSD qui ont servi pour cet exemple sont celles présentées figure 4.1.4 de $100\mu\text{m}$ par $100\mu\text{m}$ obtenues avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$. Le code couleur choisi affiche les zones exemptes de désorientation locale en bleu puis, plus désorientées, en vert et enfin en jaune lorsque $\theta=3^\circ$.



On reconnaît sur les deux premières cartographies de la Figure 5.4.1 les grains délimités par des zones de fortes désorientations locales. Les bandes de déformation sont elles aussi très désorientées localement, on les retrouve, tout comme les joints de grains, en vert ou en jaune sur les cartographies, ceci correspondant à des désorientations supérieures à 2° . Le nombre de ces pixels correspondant à des désorientations supérieures à 2° augmente également avec la déformation. Ainsi, à 51% de laminage il est difficile de reconnaître la microstructure, et au-delà c'est impossible, l'ensemble des pixels étant très désorientés par rapport à leurs voisins.

Pour comparer l'évolution de ces désorientations avec le taux de réduction, une autre représentation est nécessaire. Nous avons choisi de représenter l'histogramme de ces désorientations locales pour chacun des taux de réduction Figure 5.4.2. La fréquence relative des désorientations locales inférieures au degré diminue avec la déformation. Au-delà de 61% de réduction il est difficile de différencier les profils de désorientation obtenus, la distribution des désorientations n'évolue quasiment plus. Toutefois, la position du pic de désorientation, correspondant à la fréquence maximale de désorientation locale pour chacun des échantillons étudiés, est décalée vers les désorientations élevées lorsque la déformation augmente.

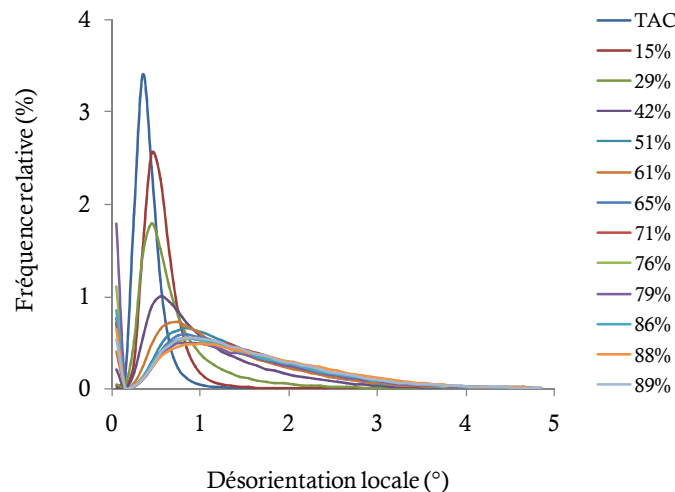


Figure 5.4.2 : Histogramme des désorientations locales pour le matériau initial ainsi que l'ensemble des échantillons laminés, calcul des désorientations locales à partir des scans EBSD présentés Figure 4.1.1, toutes acquises avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$

On peut alors imaginer extraire un paramètre de la déformation fonction de la désorientation locale. L'extraction de la valeur de la « désorientation locale la plus répandue » est effectuée avec le logiciel Origin⁵ et la fonction "Peak". Cette valeur augmente avec la déformation comme le montre la Figure 5.4.3-(a). Un changement de pente important intervient autour de 50% de réduction.

Ceci rappelle nos observations microstructurales (section 4.1.2), où le début de la fragmentation des grains apparaissait à partir de 50% de laminage. En regardant les microstructures il était en revanche difficile de quantifier la fragmentation. Avec ces mesures de désorientations on peut

⁵ www.OriginLab.com

maintenant estimer la fragmentation en fonction du taux de déformation mais également en fonction de l'orientation cristallographique.

En effet, à partir des scans EBSD, les pixels dont l'orientation appartient à la fibre α ou γ à plus ou moins 15° peuvent être regroupés dans un "subset". On peut ainsi tracer les profils de désorientations locales pour chacune des classes d'orientations choisies. Les fréquences relatives de désorientations locales sont données à titre d'exemple pour deux réductions différentes, 15% et 65%, sur la Figure 5.4.4, en différenciant les orientations des fibres α et γ . A 15% de réduction, on ne différencie pas les désorientations des deux fibres. En revanche, à 65%, la fragmentation a déjà commencé, le profil de désorientation de la fibre γ est décalé vers les valeurs plus élevées.

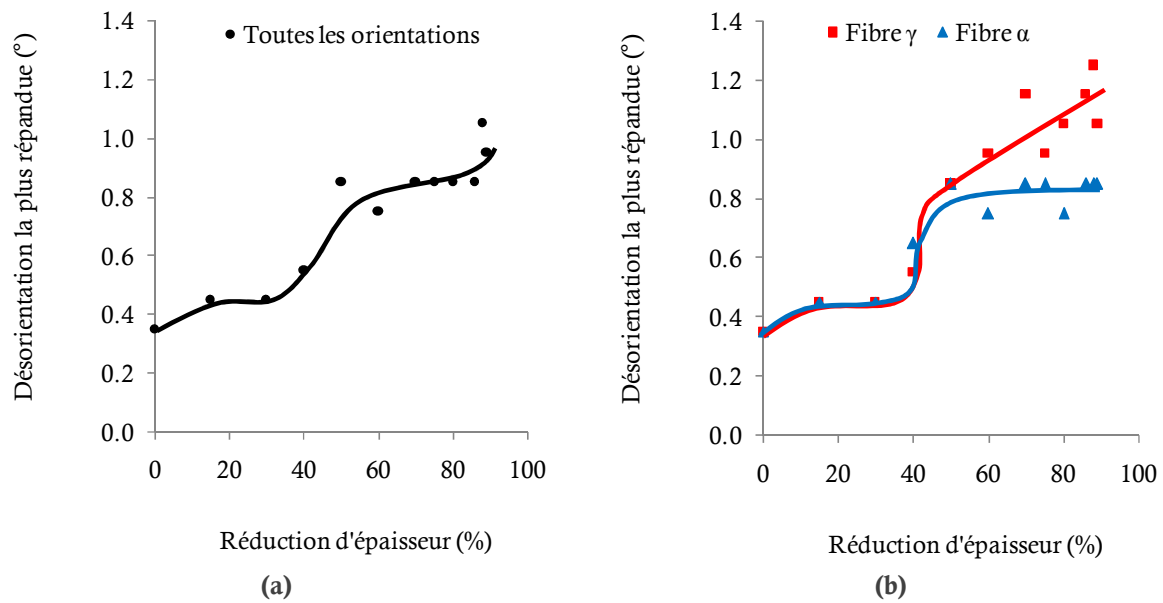


Figure 5.4.3 : Evolution des désorientations locales les plus répandues pour l'ensemble des orientations (a) et pour les orientations appartenant aux fibres α et γ à 15° près (pas d'indexation des scans EBSD de $0,2\mu\text{m}$)

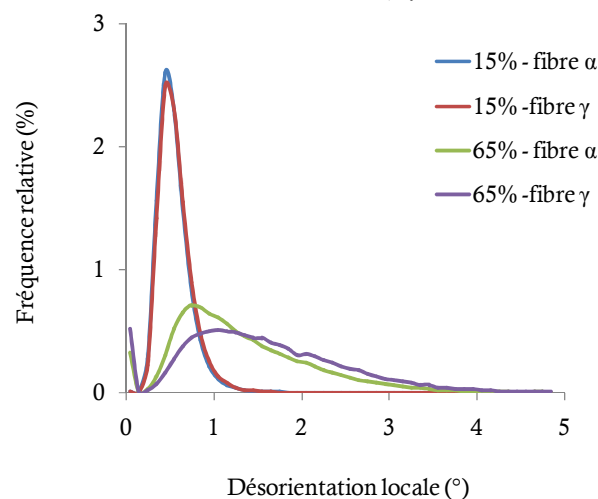


Figure 5.4.4 : Histogramme des désorientations locales pour les échantillons laminés à 15% et 65%, calcul des désorientations locales à partir des scans EBSD présentés Figure 4.1.1, toutes acquises avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$, valeurs extraites par classes d'orientations

Afin de rendre compte de cette évolution au cours de la déformation, les valeurs de “désorientation locale la plus répandue” ont été extraites de ces profils suivant la même procédure que celle décrite précédemment pour l’ensemble des orientations. Les résultats sont présentés Figure 5.4.3-(b). L’évolution des désorientations locales est similaire pour les deux fibres jusque 50% de réduction d’épaisseur. Ensuite on observe une augmentation importante des désorientations de la fibre γ , qui continue jusque 93% de réduction. On distingue en revanche trois domaines différents pour la fibre α : des désorientations faibles jusque 40% de laminage ; un saut vers les désorientations plus importantes de 40% à 60% ; et enfin un palier jusque 93% de réduction.

Si cette évolution reflète la fragmentation il est normal de ne pas observer de diminution. En effet, le nombre de murs existant continue d’augmenter au cours de la déformation. Pour quantifier le nombre de parois existantes pour chacun des taux de laminage à disposition, nous nous sommes servis des mêmes cartographies EBSD que pour le calcul des désorientations locales. La proportion de joints dont la désorientation (entre deux pixels voisins) est supérieure à 5° a été estimée par analyse d’images. Les cartographies ont dans un premier temps été tracées en reportant en noir uniquement les joints de plus de 5° de désorientation. Ensuite, à l’aide de l’histogramme des niveaux de gris, on connaît le nombre de pixels noirs de chaque image. Ce nombre est ensuite divisé par le nombre de pixels total de chaque cartographie. Il représente la proportion de joints dont la désorientation est supérieure à 5° , présenté Figure 5.4.5 en fonction du taux de laminage. On voit clairement que le nombre de parois désorientées de plus de 5° est en constante augmentation à partir de 30% de réduction.

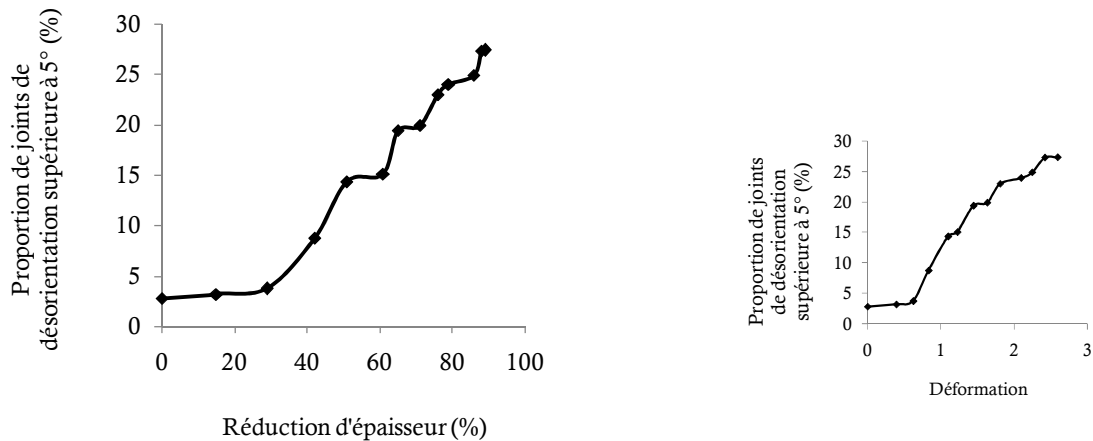


Figure 5.4.5 : Proportion de joints de désorientation supérieure à 5° en fonction du taux de réduction

Les évolutions de la désorientation locale la plus répandue (Figure 5.4.3) et de la proportion de joints de fortes désorientations (Figure 5.4.5) en fonction de la réduction d’épaisseur du matériau ne sont pas tout à fait identiques. En effet, on distingue trois domaines différents dans le premier cas (de 0 à 40% ; de 40% à 60% ; de 60% à 93%), mais seulement deux dans le second (de 0 à 30% ; de 30% à 93%).

L'évolution de la "désorientation locale la plus répandue" reflète l'augmentation des désorientations intragranulaires. Celles-ci créent des gradients d'orientations importants à l'intérieur des grains, parfois tels qu'ils activent la formation de parois désorientées de plus de 5°. La « désorientation locale la plus répandue » reflète ainsi la capacité du matériau à se fragmenter. La germination s'effectuant en majorité près des joints de grains et des bandes de déformation, il est important, pour la prévision des textures de recristallisation, de quantifier la fragmentation par classe d'orientations.

Les scans EBSD utilisés précédemment ne comportent pas suffisamment de grains pour une étude statistique de différentes classes d'orientations. Regardons alors l'évolution des désorientations locales avec le taux de déformation pour de plus grandes cartographies EBSD. Le calcul de désorientation locale étant très influencé par le pas d'indexation, nous avons choisi de séparer en deux graphiques les profils obtenus. Les désorientations issues des scans EBSD réalisés avec un pas de 1µm pour les faibles déformations sont représentées sur la Figure 5.4.6-(a) et ceux avec un pas de 0,5µm pour les réductions les plus importantes sur la Figure 5.4.6-(b). Pour le cas de l'échantillon laminé à 71%, le profil est tracé sur chacune des figures. L'acquisition des données a été réalisée à l'aide d'un pas d'indexation de 0,5µm mais une réduction de la moitié des pixels permet de reproduire une cartographie comme si le pas d'indexation était de 1µm (voir section 2.7). En doublant le pas d'indexation (Figure 5.4.6-(b) → Figure 5.4.6-(a)), on augmente fortement la proportion de désorientations élevées.

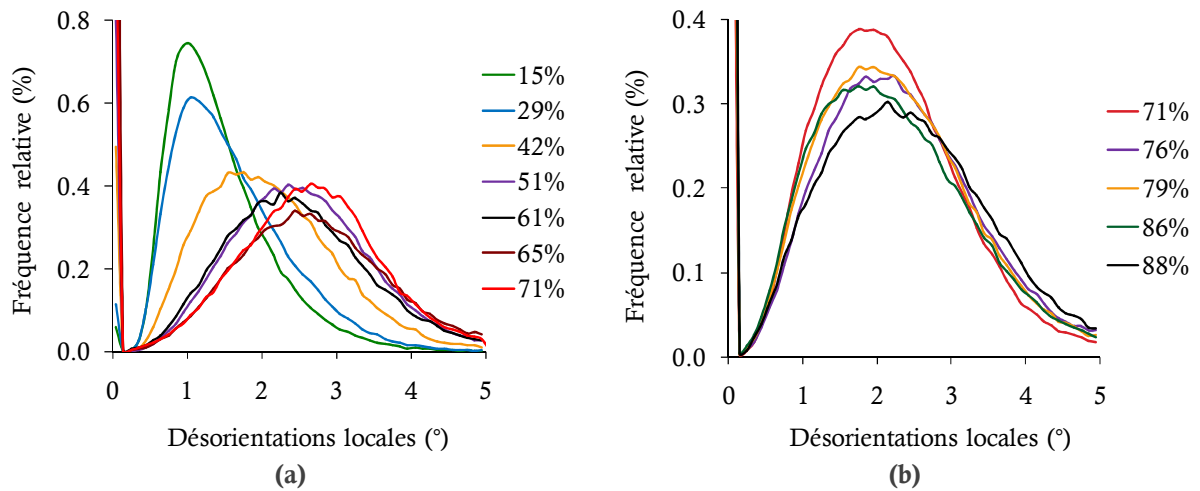


Figure 5.4.6 : Désorientations locales inférieures à 5° - (a) de 15% à 65% de réduction, calculées à partir de scans EBSD de 250µm x 350µm avec un pas d'indexation de 1µm – (b) de 71% à 88% de réduction, calculées à partir de scans EBSD de 150µm x 350µm avec un pas d'indexation de 0,5µm

Des sélections par classes d'orientations ont alors été effectuées en prenant un critère de 12,5° autour des orientations idéales suivantes : {100}<110>, {112}<110>, {111}<110>, {111}<112> et {554}<225>. Les valeurs de désorientation la plus répandue est extraite pour chacune de ces orientations. Leurs évolutions en fonction du taux de réduction sont données Figure 5.4.7.

On peut alors parler de domaines d'orientations particulières qui se fragmentent plus que d'autres et établir une **hiérarchie de fragmentation F** telle que :

$$F_{\{100\}<110>} < F_{\{112\}<110>} < F_{\{111\}<110>} < F_{\{111\}<112>} < F_{\{554\}<225>}$$

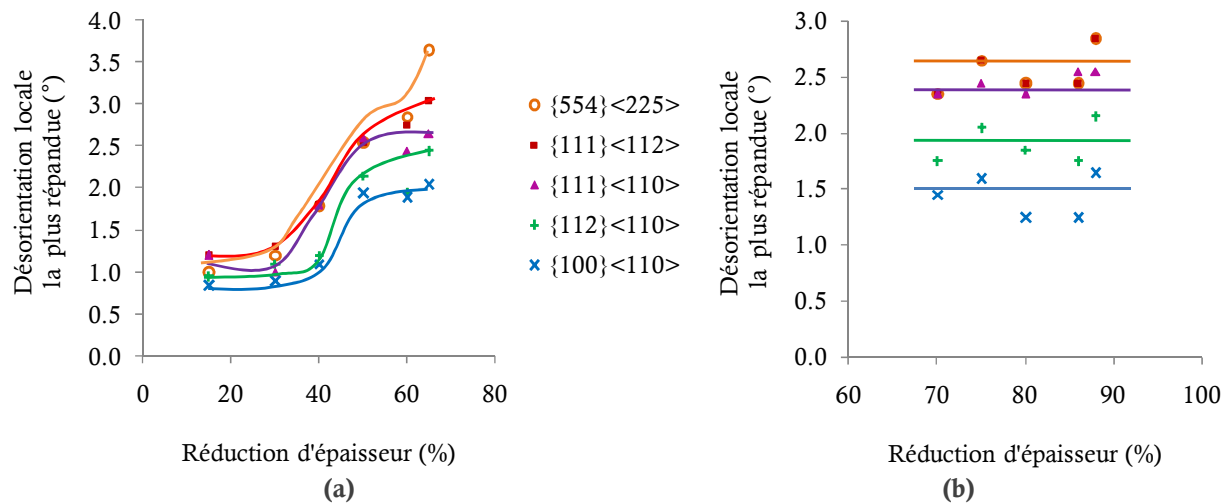


Figure 5.4.7 : Evolution des désorientations locales les plus répandues pour différentes orientations
 (a) pour les premiers taux de déformation (pas d'indexation des scans EBSD de 1µm)
 (b) pour les forts taux de déformation (pas d'indexation des scans EBSD de 0,5µm)

5.4.2 Evolution des désorientations locales avec la restauration

Une analyse EBSD est alors menée sur des échantillons restaurés avec les mêmes critères de calcul de désorientations locales, sur des zones de 100µm par 100µm et un pas d'indexation de 0,2µm. L'ensemble des profils de désorientations est donné Figure 5.4.8. Hormis l'échantillon le moins laminé, les profils de désorientations sont tous quasi-identiques.

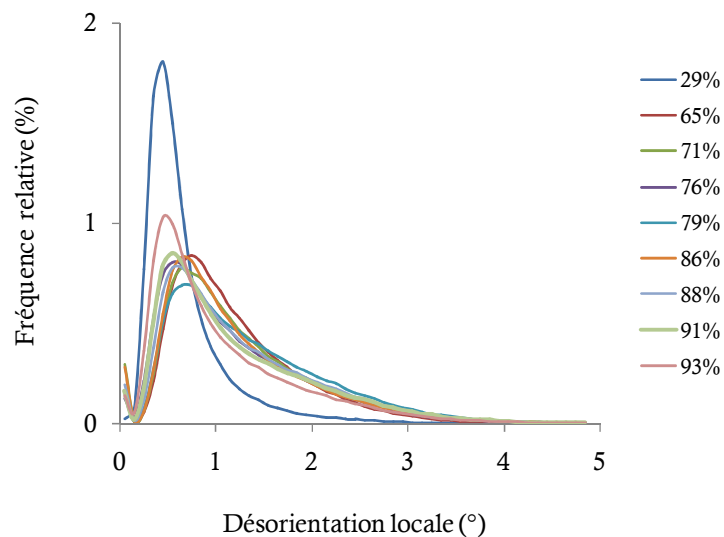


Figure 5.4.8 : Désorientations locales inférieures à 5° calculées à partir de scans EBSD de 100µm x 100µm avec un pas d'indexation de 0,2µm sur la face normale à DT des échantillons après un traitement thermique de 10min à 600°C

Sur la Figure 5.4.9 sont reportés les profils de désorientations locales pour deux taux de réduction à l'état déformé et restauré. On voit alors que les profils sont très différents entre les deux états déformés. En revanche, une fois restaurés les deux échantillons laminés à des taux de 29% et 76% présentent des désorientations faibles, inférieures au degré.

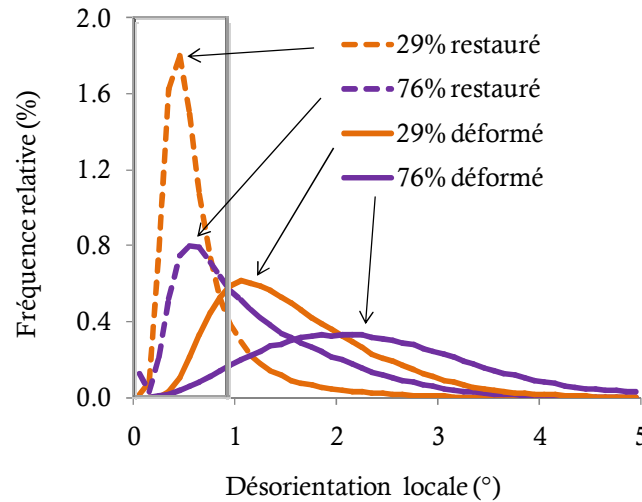


Figure 5.4.9 : Influence de la restauration sur les profils de désorientations locales : désorientations locales inférieures à 5° calculées à partir de scans EBSD de 100µm x 100µm avec un pas d'indexation de 0,2µm sur la face normale à DT des échantillons après déformation et après restauration

Si globalement, dans un échantillon restauré les désorientations locales sont faibles, nous avons vu par ailleurs que les cellules de dislocations n'étaient pas toujours très "nettoyées" par ce traitement thermique. Après une réduction de 76% un échantillon a été observé dans sa section transverse dans un MEB-FEG*. Sur la Figure 5.4.10 est visible la cartographie d'orientations obtenues ainsi que les joints de désorientations supérieures à 5°, tracés en noir. La dualité grains lisses / grains fragmentés existe toujours après restauration. Les lignes de désorientations, tracées à l'intérieur de ces deux types de grains le long de la direction de laminage montrent que les **désorientations de part et d'autre des traces créées pendant la déformation sont toujours du même ordre de grandeur après restauration** : 5° dans un grain lisse contre 15° dans un grain fragmenté.

La restauration semble débiter aux joints de grains, courbant ainsi les parois des cellules équiaxes à proximité du joint. Au contraire, dans les cellules allongées, dont l'inclinaison est proche de celle des bandes visibles au MEB, une densité importante de dislocation est toujours présente, la restauration dans les bandes de déformation n'ayant pas eu lieu.

* Collaboration ArcelorMittal - LTPCM (SIMAP, Grenoble)

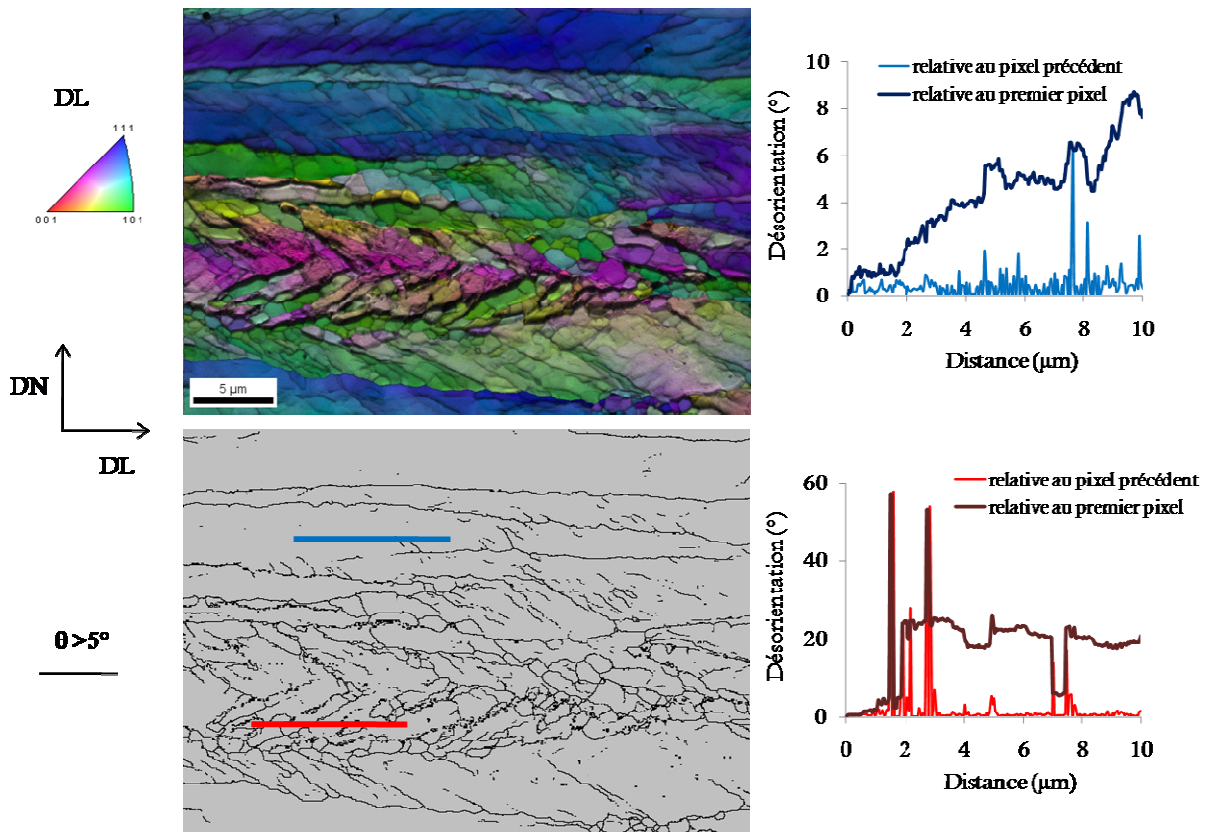


Figure 5.4.10 : Observation sur la face normale à DT à l'aide d'un MEB-FEG d'un échantillon déformé à 76% après un traitement de restauration de 10min à 600°C, pas d'indexation de 50nm

5.4.3 Désorientations locales et recristallisation

Une fois le matériau 100% recristallisé, les désorientations sont très faibles. Un calcul de désorientation locale a été effectué à partir d'un scan EBSD de 300μm par 400μm réalisé avec un pas d'indexation de 0,5μm sur un échantillon déformé à 76% puis recristallisé (traitement thermique de 30min à 700°C).

Des sélections par classes d'orientations ont été effectuées en prenant un critère de 12,5° autour des orientations idéales suivantes : A {100} <110>, B {112} <110>, C {111} <110>, F {111} <112>, D {554} <225> et E {223} <582>. La Figure 5.4.11 montre une très faible différence de profils entre les orientations A, B, E et les orientations C, D, F. Ces différences pouvant être attribuées à des fractions volumiques de ces orientations différentes dans le matériau recristallisé.

Sur la même cartographie EBSD, on peut également extraire les profils d'indices de qualité pour chacune des orientations. Au contraire des désorientations locales, les profils d'indice de qualité dépendent toujours de l'orientation considérée (Figure 5.4.12).

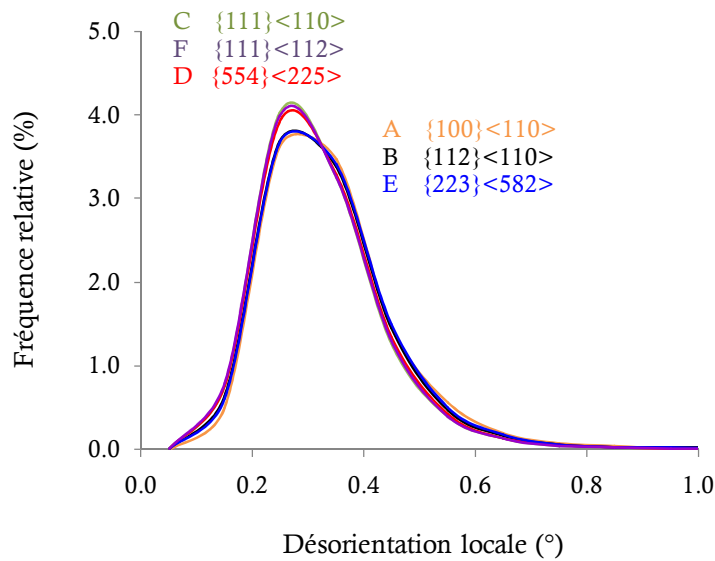


Figure 5.4.11 : Histogramme des désorientations locales pour un échantillon déformé à 76% puis recristallisé (700°C-30min)

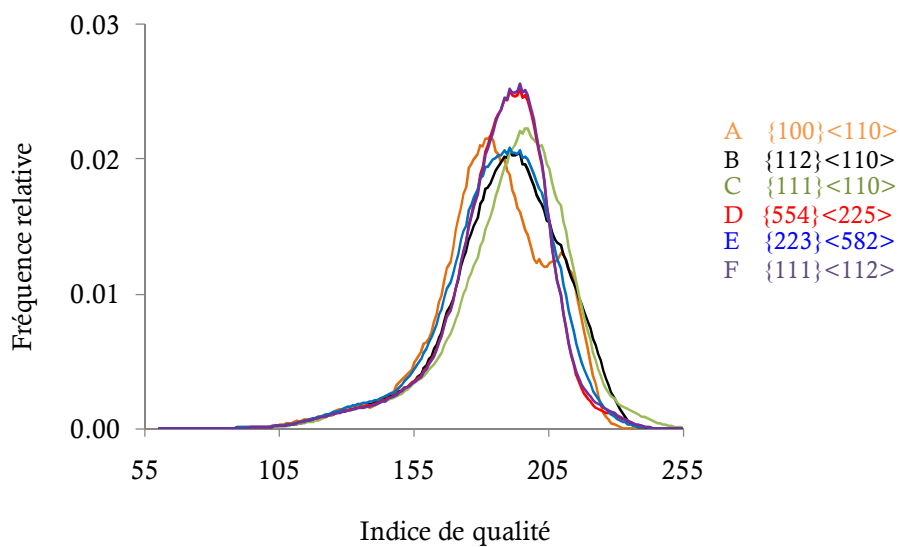


Figure 5.4.12 : Histogramme des indices de qualité pour un échantillon déformé à 76% puis recristallisé (700°C-30min)

Comme il est important de caractériser les évolutions microstructurales de notre matériau en fonction de la déformation et des orientations, le choix d'un critère qui ne dépend ni de l'orientation cristallographique, ni de l'état de préparation métallographique était primordial. C'est en effet le cas pour la désorientation locale ou Kernel au contraire des indices de qualité.

5.4.4 Axes de désorientations

Pour obtenir une image complète de la nature des changements d'orientation pendant le laminage, une analyse des axes de désorientations est nécessaire.

La fonction "Rotation axes in sample coordinates" existante dans HKL a été utilisée pour visualiser les axes de rotation privilégiés par orientation. Les désorientations (corrélées) considérées sont comprises entre 2° et 10°. Elles proviennent soit de l'ensemble des pixels de la cartographie EBSD soit uniquement d'un sous-ensemble ne comprenant que les orientations de la fibre α ou celles de la fibre γ .

Les résultats sont présentés Figure 5.4.13. Ils représentent les axes de désorientations privilégiés pour chaque classe d'orientations, soit la façon dont sont désorientées ces orientations entre elles.

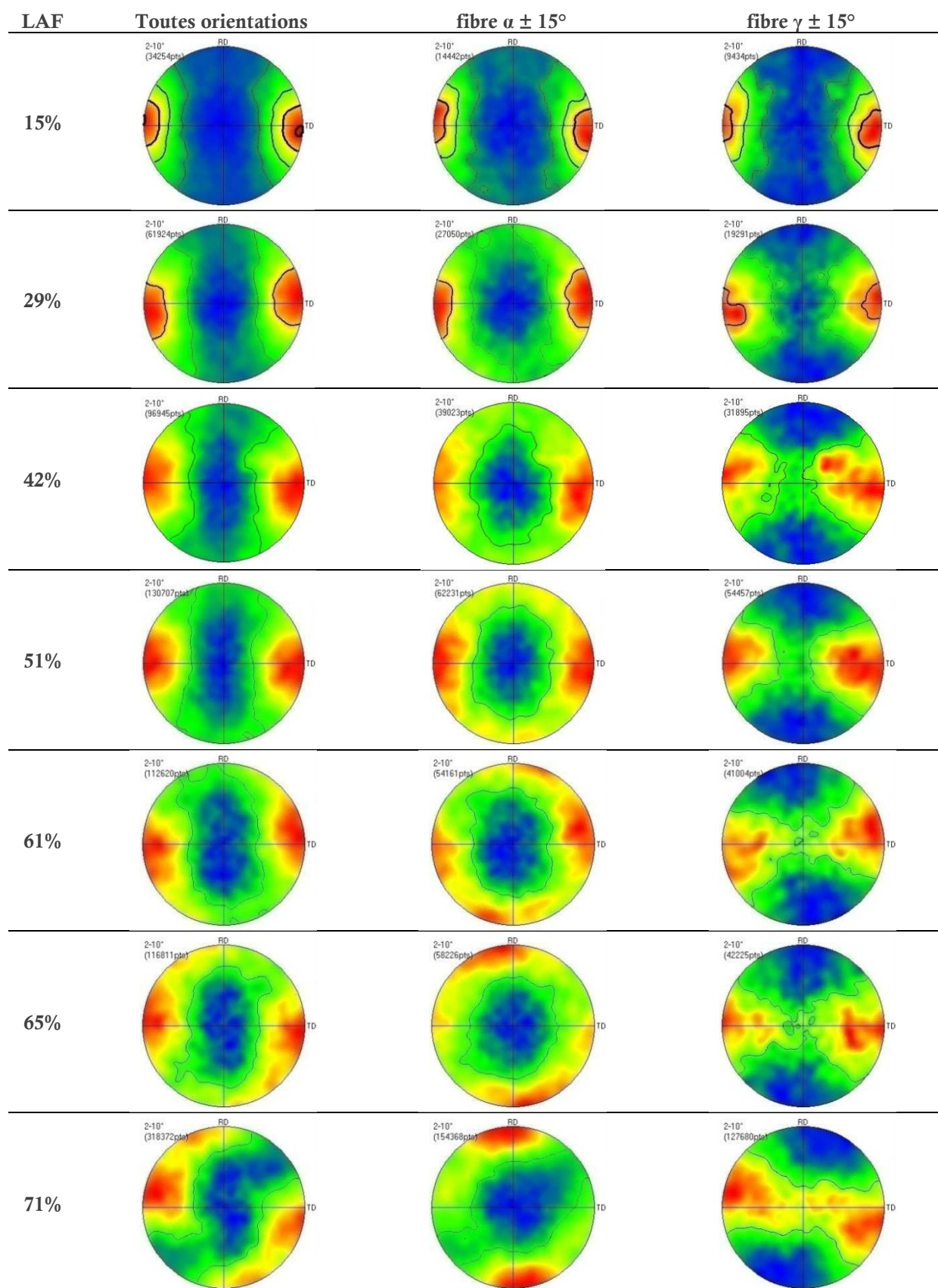


Figure 5.4.13 : Axes de désorientations (désorientations corrélées entre 2 et 10° prises en considération, ligne de niveaux par pas de 1, gaussienne de 10°)

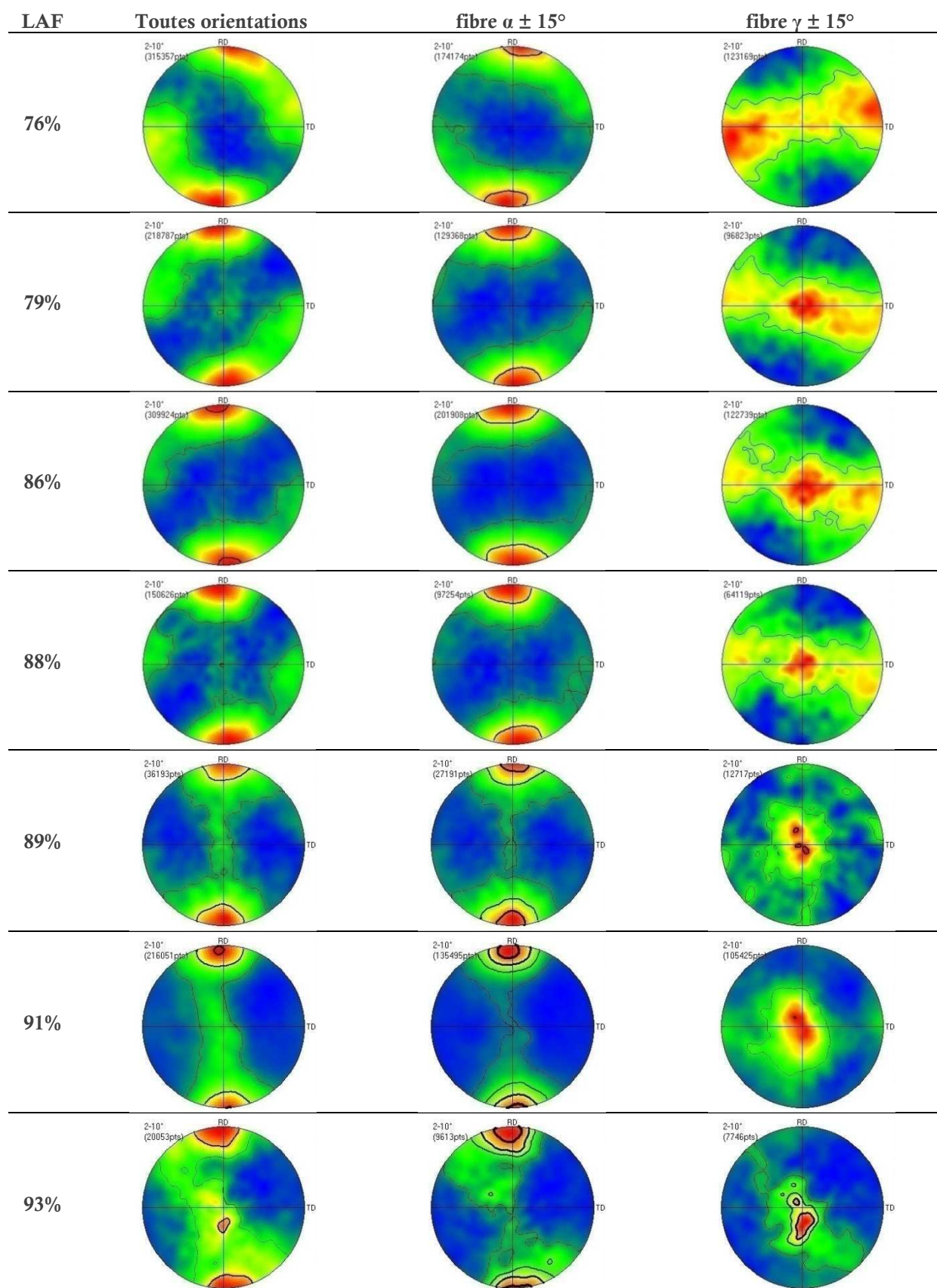


Figure 5.4.13 : Axes de désorientations (désorientations corrélées entre 2 et 10° prises en considération, ligne de niveaux par pas de 1, gaussienne de 10°)

A 15% de réduction de section les axes de désorientation sont identiques pour toutes les orientations cristallographiques considérées. Progressivement, lorsque la déformation augmente, les axes de désorientations privilégiés sont modifiés. Ainsi, à 65% de réduction, les grains de la fibre α sont désorientés entre eux autour d'un axe commun, non plus proche de DT mais proche de DL. Pendant ce temps, les grains de la fibre γ , désorientés autour d'un axe proche de DT également au début de la déformation, le sont de moins en moins. Au-delà de 80% de réduction leur axe de désorientation se situe autour de DN. La modification des axes de désorientations n'a donc pas lieu en même temps pour les grains des deux fibres.

On obtient par cette méthode d'analyse une image des axes autour desquels les grains ont tourné pour devenir soit des grains de la fibre α (fibre autour de la direction DL) soit de la fibre γ (fibre autour de la direction DN).

Ces axes de désorientations ont également été mesurés pour des orientations spécifiques, notamment l'orientation $\{111\}<110>$. Son comportement est proche de celui de la fibre γ , son axe de désorientation est également situé autour de DN au-delà de 80% de réduction. Au cours de la déformation cette orientation tourne certainement le long de la fibre γ .

Nos résultats sont tout à fait en accord avec les résultats de Nave [82] qui trouvait avec un calcul similaire, pour des grains de la fibre γ après 75% de réduction d'un acier IF, un axe de désorientation situé entre DT et DN, un peu plus proche de DT.

5.5 Textures à proximité des joints de grains

La germination ayant lieu préférentiellement aux joints de grain et la texture des germes étant semblable à celle du matériau recristallisé, il nous a semblé important de regarder quelle était la texture près des joints de grains avant tout traitement thermique. On s'attend à la présence d'un gradient d'orientations près du joint de grains, mais à quelle échelle ?

Définition de la "zone affectée par le joint de grains"

D'après nos observations EBSD, la taille des sous-grains diminue avec la déformation. L'évolution des intercepts définissant un sous-grain selon la direction DN est rappelée Figure 5.5.1. De plus, l'étude des microstructures au MET confirme qu'après 40% de réduction la taille des cellules est inférieure au micron (voir Figure 5.3.2). Compte tenu de ces observations, la zone affectée par les joints de grains est définie différemment selon le taux de réduction étudié. Le pas d'indexation des cartographies EBSD sur lesquelles l'étude des textures près des joints de grains est réalisée est bien sûr un facteur limitant. Avec un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$ nous avons alors défini la zone affectée par le joint de grains comme étant $0,2\mu\text{m}$ de chaque côté du joint de grains pour les échantillons les plus laminés ; puis $0,4\mu\text{m}$ pour des réductions inférieures à 79% et enfin $0,6\mu\text{m}$ pour les faibles réductions. Les lignes rouges de la Figure 5.5.1 délimitent ces changements de définition de zone affectée par le joint de grains. On choisit ainsi de regarder le joint à plus ou moins un sous-grain.

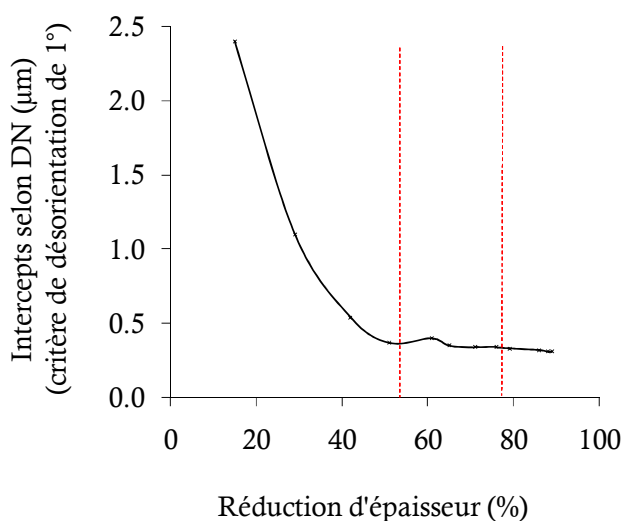


Figure 5.5.1 : Mesure des intercepts selon DN à partir des cartographies EBSD réalisées sur les échantillons déformés à l'aide d'un pas d'indexation de $0,2\mu\text{m}$ – pour chacune des zones délimitées par les lignes en pointillés rouges, la zone affectée par le joint de grains n'est pas prise égale

Méthode utilisée pour mesurer les textures près des joints de grains

A partir de scans EBSD il est possible de différencier la texture près des joints de grains de la texture au cœur des grains. Pour cela il faut de définir ce que l'on considère comme "zone affectée par les joints de grains" dans un subset avec le logiciel HKL. On crée ensuite un second subset avec l'ensemble des pixels restant (fonction NOT).

Un exemple est donné Figure 5.5.2 sur un extrait de la cartographie utilisée pour cette étude après 15% de laminage (a). Les pixels non sélectionnés apparaissent en clair sur les images suivantes. On commence par sélectionner chaque grain séparément (b), puis on effectue une dilatation de cette sélection de 3 pixels vers l'extérieur du grain (c). La différence (c)-(b) (fonction XOR) nous donne les 3 pixels à l'extérieur des joints de grains (d). C'est l'ensemble de tous ces joints de grains dilatés de 3 pixels qui nous donne la cartographie (e) avec 3 pixels de chaque côté des joints. La sélection du reste nous donne les pixels non affectés par les joints de grains (f).

Evidemment cette méthode devient plus difficile lorsque les grains sont très fragmentés. Lors de la sélection d'un grain il faut reconnaître visuellement le joint de grain et "nettoyer" l'intérieur du grain en supprimant les pixels très désorientés (sélectionnés lors de la reconnaissance automatique des grains si elle est effectuée à l'aide d'un critère de désorientation de 15° par exemple).

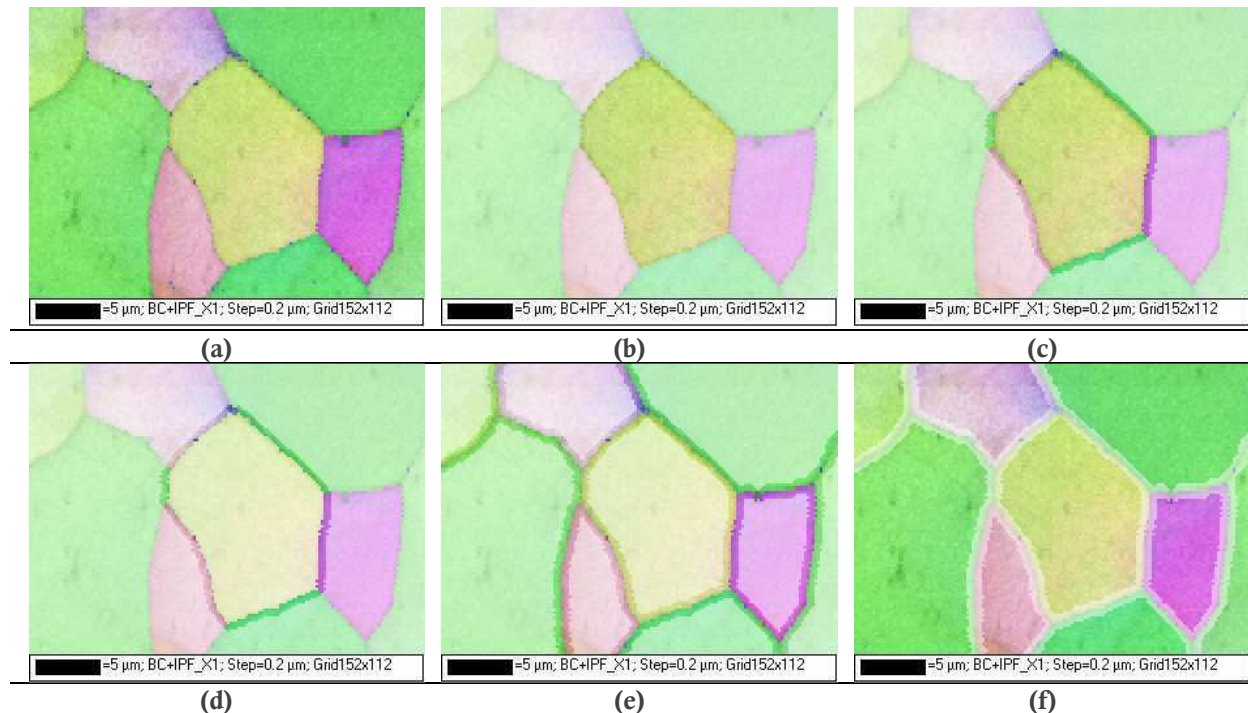


Figure 5.5.2 : Illustration de la méthode utilisée sur un extrait de cartographie EBSD après 15% de réduction, pas d'indexation de 0,2μm

Résultats

Les résultats sont présentés Figure 5.5.3 selon les taux de déformation, la zone affectée par le joint de grains n'étant pas toujours définie de la même manière. On remarque que la texture est plus faible près des joints de grains, avec parfois un léger renforcement de la fibre α . En moyenne **le maximum de texture observé aux joints de grain est égal à 0,77 fois celui observé à l'intérieur des grains.**

Le joint de grains est un **obstacle à la rotation des orientations**, c'est une zone d'accommodation entre deux grains d'orientations différentes.

Remarque sur la méthode proposée

Si la zone affectée par le joint de grains est prise égale à 0,2μm de chaque côté des joints quelque soit le taux de déformation étudié, les textures mesurées sont peu différentes de celles présentées Figure 5.5.3.

En revanche, si la zone affectée par le joint de grains est prise égale à 0,6μm pour l'ensemble des états déformés, un problème se pose. En effet, pour les forts taux de déformation, la zone affectée par un joint est alors proche de la taille du grain. Il reste alors peu de zones définies comme intérieur du grain. Les différences de textures près des joints de grains ou intérieur du grain sont alors gommées.

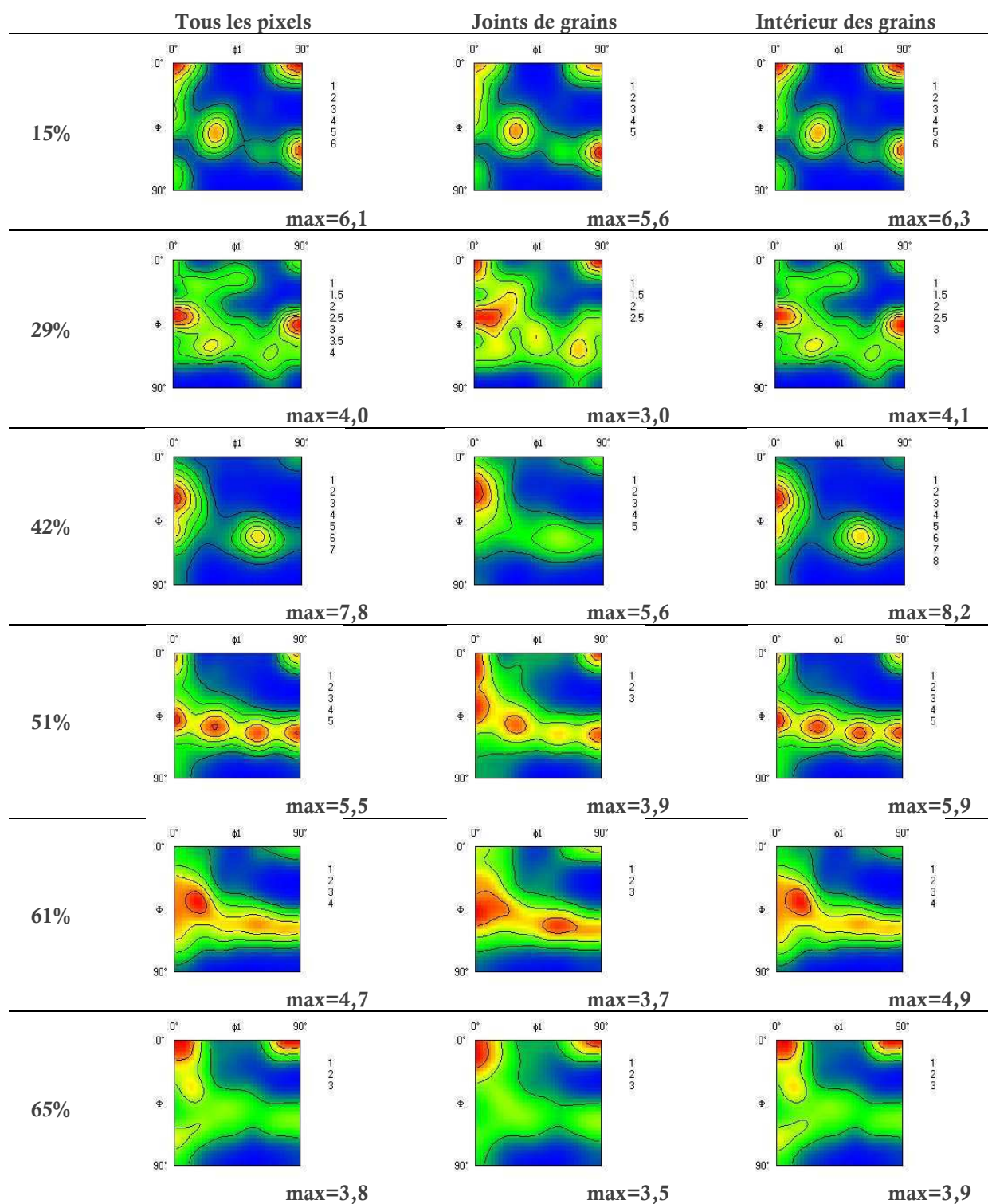


Figure 5.5.3 : ODF des cartographies complètes (gauche), de la zone affectée par les joints de grains (milieu) et de l'intérieur des grains (droite), gaussienne de 10°, coupes d'Euler à $\phi_2=45^\circ$

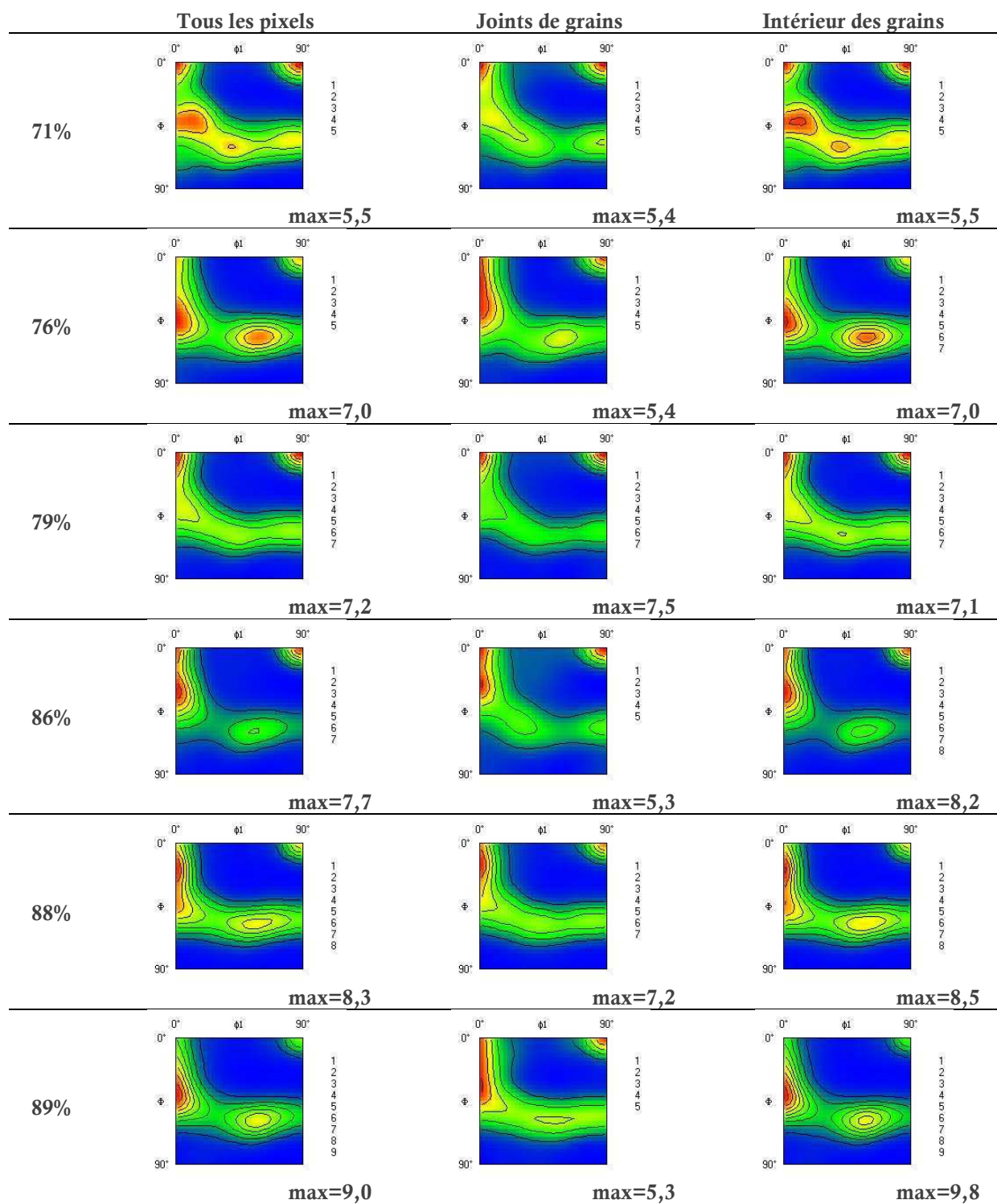


Figure 5.5.3 : ODF des cartographies complètes (gauche), de la zone affectée par les joints de grains (milieu) et de l'intérieur des grains (droite), gaussienne de 10°, coupes d'Euler à $\phi_2=45^\circ$

5.6 L'énergie stockée

5.6.1 Mesures par Diffraction des Rayons X

Des expériences ont été menées sur deux synchrotrons pour estimer l'énergie stockée en fonction du taux de déformation mais surtout selon certaines orientations. Afin de mesurer des élargissements de raies dus à la présence de dislocations, deux approches un peu différentes ont été mises en œuvre :

- mesure d'énergie dans des orientations spécifiques (rappelées Figure 5.6.1) ;
- découpage régulier de figure de pôle afin d'obtenir un "mapping" de l'énergie stockée.

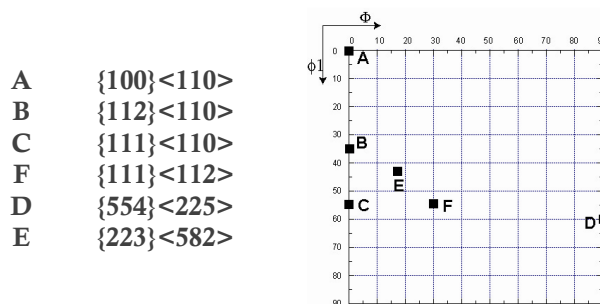


Figure 5.6.1 : Rappel des composantes de texture analysées

Mesures par orientation

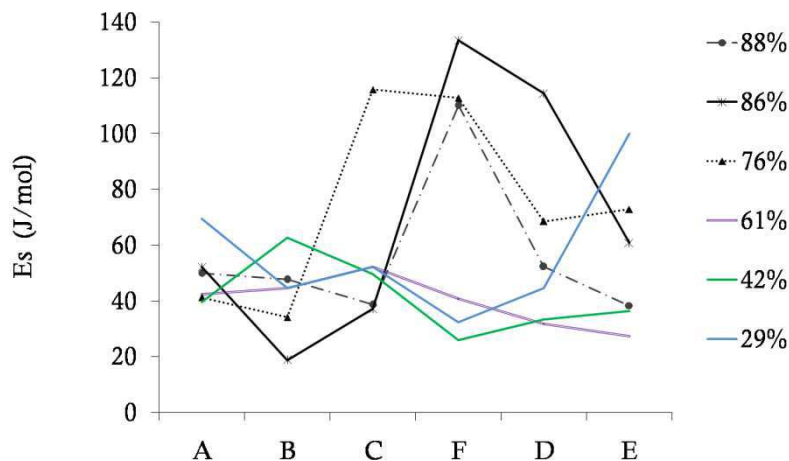


Figure 5.6.2 : Energie stockée calculée par la méthode de Warren Averbach modifiée pour différentes orientations et taux de réduction

Les valeurs d'énergies obtenues par orientation sont présentées Figure 5.6.2. Pour les réductions importantes ($>76\%$), l'énergie semble stockée préférentiellement dans les orientations C et F avec une valeur d'énergie en F deux fois supérieure à celle stockée dans l'orientation A. Ce rapport d'énergie a déjà été reporté lors de précédentes études [83,84]. En revanche pour les faibles réductions l'énergie est stockée de façon plus uniforme selon les orientations étudiées. De légers maxima sont toutefois observés dans les orientations B et C.

Mapping de l'énergie stockée

Si l'élargissement des raies est observé lorsque la déformation augmente il est toutefois assez faible comme le montre la Figure 5.6.3. Les raies sont quasiment superposées pour les déformations supérieures à 76%. L'élargissement étant dû à la distorsion mais également à un effet de taille, on s'attend à de faibles variations d'énergie stockée avec la réduction, notamment au delà de 76%.

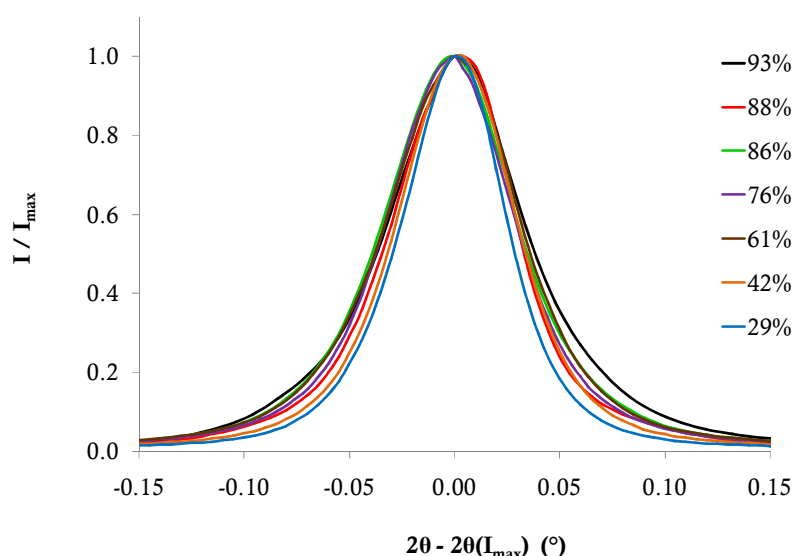


Figure 5.6.3 : Evolution des largeurs de raie avec la déformation, illustration avec l'orientation $\{112\}<110>$, raie (200) en $2\theta=25,5^\circ$

Les coupes à $\varphi_2 = 45^\circ$ de l'EsDF des échantillons laminés à 29%, 61%, 76%, et 88% sont présentées Figure 5.6.4. L'aspect ondulé de ces distributions est dû à une résolution trop importante de la méthode d'inversion utilisée par le logiciel Labotex. On remarque néanmoins que l'énergie est importante dans d'autres orientations que celles des deux fibres α et γ avec des maxima locaux en $\varphi_1 = 15^\circ$, $\varphi = 30^\circ$, $\varphi_2 = 45^\circ$ ou encore pour les composantes Cube $\{001\}<110>$ et Cube tourné $\{001\}<101>$ après 88% de réduction.

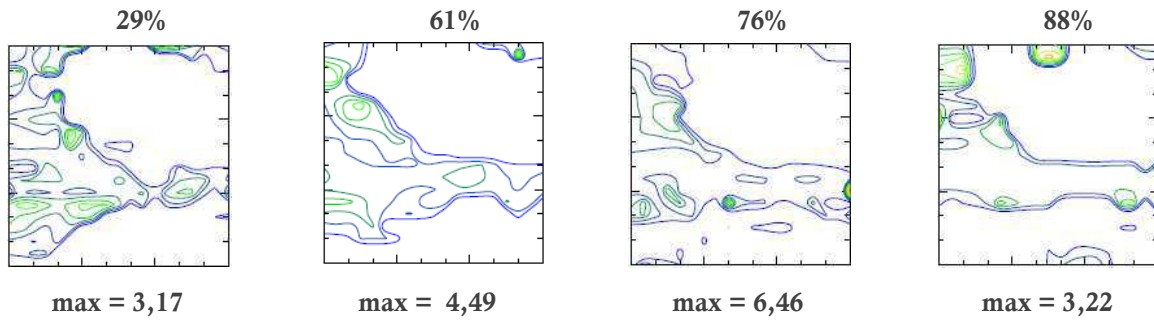


Figure 5.6.4 : EsDF calculée à partir des largeurs intégrales mesurées au synchrotron et des largeurs à mi-hauteurs mesurées au laboratoire, présentation des coupes à $\varphi_2=45^\circ$

Comparaison des deux évaluations de l'énergie

Pour comparer les valeurs d'énergie stockée mesurée dans les composantes de texture avec sa distribution dans l'espace d'Euler calculée à partir du mapping, on extrait les valeurs de l'EsDF en chacune des orientations choisies dans la première expérience comme expliqué dans le chapitre 2. Il est important de rappeler ici que seules des valeurs normalisées de l'énergie par rapport à une énergie macroscopique peuvent être obtenues. La Figure 5.6.5 obtenue est très différente de la Figure 5.6.2 précédemment décrite. On trouve cette fois une énergie supérieure dans la fibre γ (composantes D, E et F).

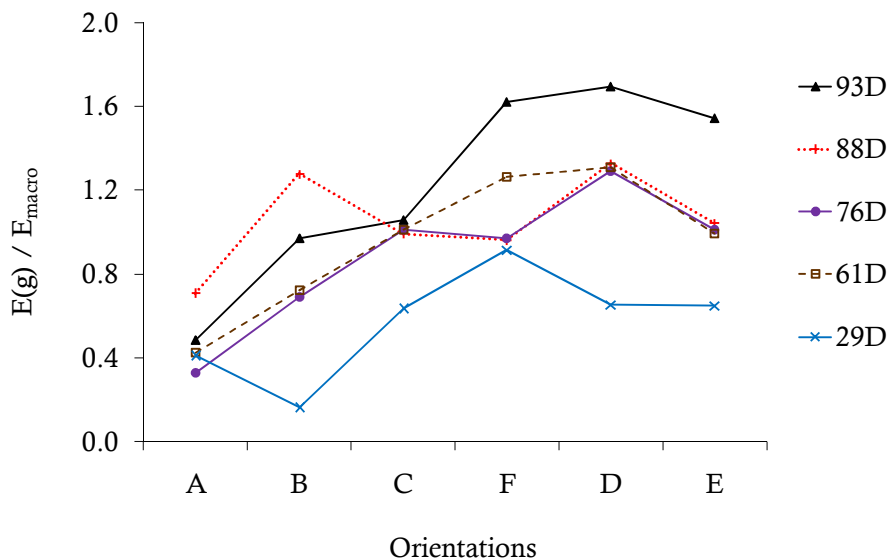


Figure 5.6.5 : Energie stockée en fonction des orientations pour différents taux de réduction extraite de l'EsDF (voir Figure 5.6.4)

Plusieurs raisons peuvent expliquer la différence de résultats en fonction de la méthode utilisée. Lors des mesures par composantes, on émet de façon implicite l'hypothèse que la texture est entièrement décrite par un jeu d'orientations idéales puisque l'on attribue chaque mesure de vecteur K à une seule orientation. De plus, avec la méthode mWA, plusieurs raies de diffraction sont utilisées simultanément, les chances de ne tenir compte que d'une seule orientation sont faibles. La seconde méthode, basée sur une reconstruction de l'EsDF est dans ce sens plus fiable même si la nature du champ de déformation créé par les dislocations n'est pas pris en compte.

Influence de la restauration

Sur des échantillons ayant subi un traitement thermique de 10min à 600°C, les largeurs à mi-hauteurs des raies de diffraction ont été mesurées en chacune des orientations spécifiques étudiées dans les états déformés. L'obtention de raies plus fines pour les forts taux de déformation montre que le traitement de restauration a un impact plus important sur ces taux. Ces raies sont si fines qu'il a été impossible d'en calculer une densité de dislocations par la méthode de Warren-Averbach utilisée précédemment.

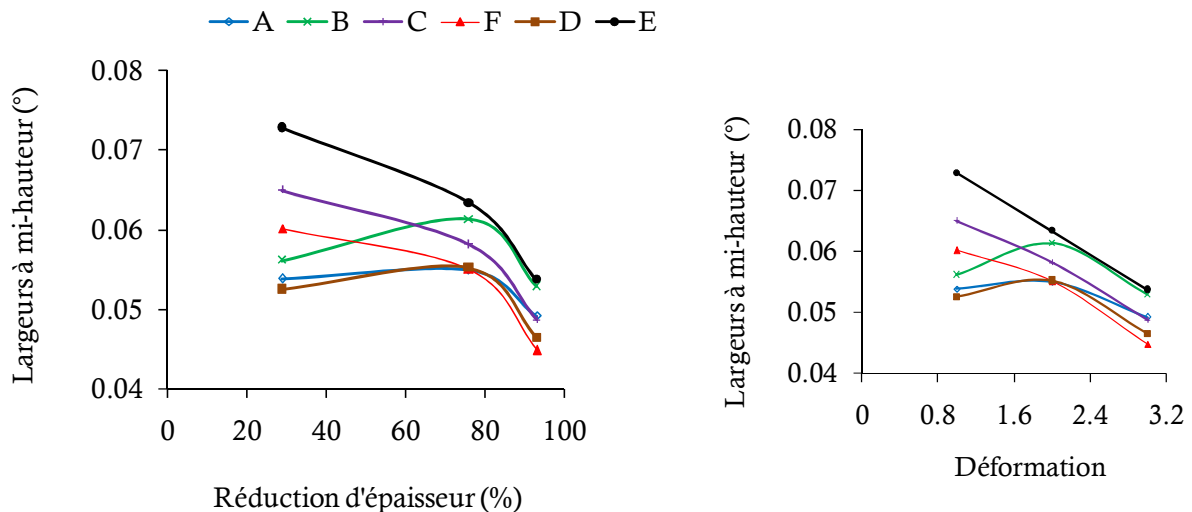


Figure 5.6.6 : Evolution des largeurs à mi-hauteur avec la déformation après restauration par composante de texture

Une analyse des profils de raies a alors été menée selon la méthode de Williamson et Hall. Pour évaluer l'impact de la restauration en fonction du taux de déformation, des valeurs moyennes par échantillon ont été calculées. Pour cela, les valeurs obtenues par orientations sont pondérées par la fraction volumique de ces orientations (estimation par EBSD en considérant chaque orientation à $\pm 1^\circ$).

Sur la Figure 5.6.7 on voit l'impact de la restauration sur la densité de dislocation du matériau. A faible déformation (29% de réduction), on la diminue de moitié tandis que pour un fort taux de réduction (93%) la densité est divisée par trois.

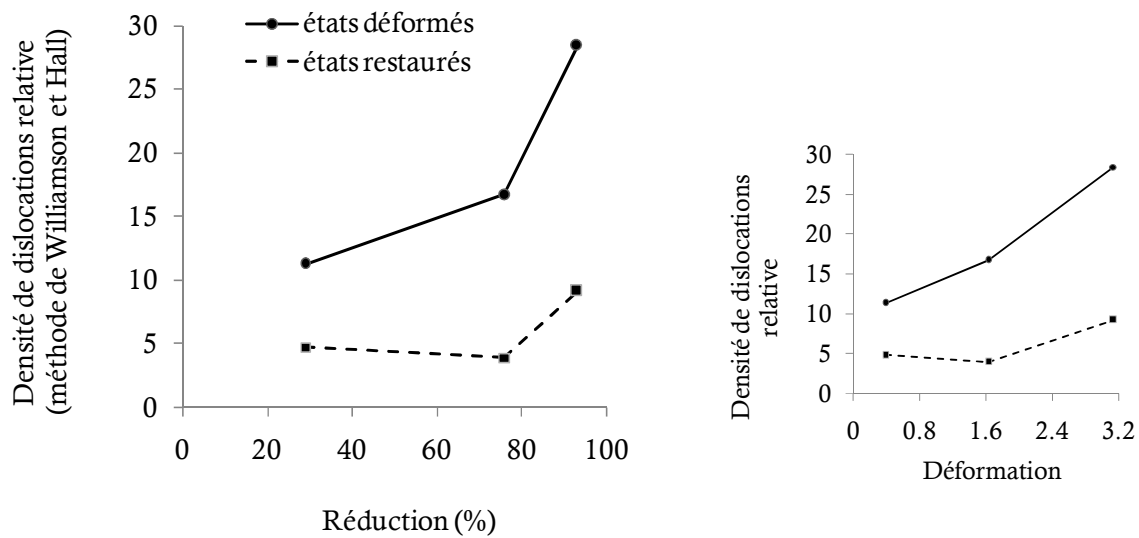


Figure 5.6.7 : Evolution de la densité de dislocation avec la déformation évaluée par la méthode de Williamson et Hall, valeurs moyennes par échantillon

5.6.2 Mesures de nano indentation

Des essais de nano indentation ont été réalisés pendant le stage de Benjamin Decreus [85] au LTPCM (Yves Bréchet) avec ArcelorMittal (Mohamed Gouné) sur l'acier IF de notre étude. Les mesures de nano indentation ont permis d'accéder à la limite d'élasticité du matériau en regardant toutes les orientations ou seulement la fibre α ou la fibre γ , en prenant 15° de désorientation autour de leur orientation idéale.

Ces valeurs sont résumées dans le Tableau 5.6.1 pour comparer les échantillons laminés à 29% et 76% à l'état déformé ; puis dans le Tableau 5.6.2 et Tableau 5.6.3, pour suivre leur évolution au cours du recuit.

Echantillon déformé	Toute orientation	Fibre $\alpha \pm 15^\circ$	Fibre $\gamma \pm 15^\circ$
29%	1215	1314	1243
76%	1452	1469	1504

Tableau 5.6.1 : Limites d'élasticité (MPa) moyennes mesurées sur deux taux de déformation 29% et 76% avec 10 mesures de nano indentation par classe d'orientations entre 180 et 220nm de profondeur

Ces résultats ne comportent malheureusement pas de barre d'erreurs et il est difficile d'accorder une grande fiabilité aux premières mesures, la limite d'élasticité étant très élevée.

Avec ces résultats on pourrait penser que la fibre α est plus écrouie (donc a certainement stocké plus d'énergie) que la fibre γ aux premiers stades de la déformation mais pour des taux plus élevés, comme après 76% de réduction c'est l'inverse. Dès les cinq premières minutes de traitement de restauration la limite d'élasticité diminue de près de la moitié. Ensuite les variations sont plus faibles et peuvent certainement être attribuées aux incertitudes de mesure.

Durée du recuit à 600°C (min)	0	5	10	15	20	Rex
Fibre $\alpha \pm 15^\circ$	1314	709	-	731	622	471
Fibre $\gamma \pm 15^\circ$	1243	648	-	716	685	475
Toute orientation	1215	689	654	730	670	463

Tableau 5.6.2 : Limites d'élasticité (MPa) moyennes mesurées après 29% de réduction pour différents temps de recuit à 600°C

Durée du recuit à 600°C (min)	0	5	10	15	20	Rex
Fibre $\alpha \pm 15^\circ$	1469	-	-	-	-	515
Fibre $\gamma \pm 15^\circ$	1504	-	-	-	-	522
Toute orientation	1452	821	817	819	769	511

Tableau 5.6.3 : Limites d'élasticité (MPa) moyennes mesurées après 76% de réduction pour différents temps de recuit à 600°C

5.6.3 Etude de la sous-structure de déformation

Des mesures d'énergies bloquées peuvent être calculées en se basant sur un modèle de Read et Schokley. A partir de la taille des cellules (d) et de la désorientation des parois (θ) la formule de Dillamore [25] nous permet d'évaluer l'énergie stockée dans ces parois. La formule est rappelée ci-dessous :

$$E_s = \frac{KV}{d} \gamma_m \frac{\theta}{\theta_m} \left(1 - \ln \frac{\theta}{\theta_m} \right)$$

Les paramètres utilisés sont les suivants [86]:

- $K = 3,31$ facteur de forme des sous-grains
- $V = 7,1 \cdot 10^{-6} \text{ m}^3/\text{mol}$ le volume atomique
- $\gamma_m = 1,046 \text{ J/m}^2$ l'énergie de joint de grain associée à θ_m
- $\theta_m = 28^\circ$ la désorientation maximale des parois au-delà de laquelle la description d'une paroi utilisée dans ce modèle n'est plus valide

La taille des cellules et la désorientation des parois sont souvent estimées par MET. Mais dans cette étude nous nous attachons à caractériser l'état de déformation d'un point de vue statistique, il nous a alors semblé préférable d'appliquer cette formule avec des valeurs issues des études EBSD.

Réduction d'épaisseur (%)	Toutes orientations			Fibre α			Fibre γ		
	d (μm)	θ ($^\circ$)	Es (J/mol)	d (μm)	θ ($^\circ$)	Es (J/mol)	d (μm)	θ ($^\circ$)	Es (J/mol)
0	5.84	1.33	0.81	5.94	1.33	0.80	4.68	1.33	2.01
15	2.45	1.37	1.98	2.45	1.39	2.00	2.25	1.37	2.16
29	1.25	1.76	4.66	0.90	1.76	6.47	1.00	1.67	5.60
42	0.61	2.07	10.83	0.64	2.00	9.99	0.47	2.13	14.25
51	0.42	2.32	17.16	0.43	2.40	16.95	0.37	2.40	19.70
61	0.45	2.37	16.05	0.44	2.34	16.07	0.38	2.45	19.76
65	0.40	2.51	19.06	0.42	2.35	17.10	0.34	2.71	23.36
71	0.38	2.61	20.63	0.40	2.39	18.37	0.33	2.65	23.68
76	0.37	2.66	20.90	0.40	2.48	18.89	0.33	2.81	24.67
79	0.37	2.77	21.79	0.39	2.57	19.85	0.32	3.03	26.43
86	0.36	2.71	21.74	0.38	2.59	20.22	0.32	2.96	26.36
88	0.35	2.93	24.27	0.35	2.79	23.14	0.30	3.18	29.53
89	0.35	2.82	23.65	0.35	2.70	22.62	0.31	2.97	26.84

Tableau 5.6.4 : Valeurs d'énergie stockée calculées à partir des tailles de sous-grains et de désorientations intercellulaires données pour chacun des taux de réduction étudiés sur des cartographies EBSD réalisées avec un pas d'indexation de 0,2 μm

La désorientation des parois de cellules est estimée à partir des calculs de désorientation locale effectués sur les cartographies EBSD de pas d'indexation de 0,2 μm . Sur un matériau recristallisé, la tôle à chaud par exemple, les désorientations supérieures à 1° sont quasi-inexistantes. Nous avons alors estimé les désorientations entre les cellules en prenant une moyenne des désorientations locales telles que 1° < θ < 10°.

Pour la taille des cellules (d) nous nous sommes reportés aux valeurs d'intercepts moyens mesurés sur les cartographies EBSD fines (avec un pas d'indexation de 0,2 μm) selon DL et DN avec un critère de désorientation de 1°.

Les valeurs pour chacun des taux de déformation sont reportées dans le Tableau 5.6.4.

L'évolution de l'énergie stockée calculée en fonction de la taille et des cellules est représentée sur la Figure 5.6.8. Sans surprise les valeurs d'énergies stockées augmentent avec la déformation. On peut toutefois rapprocher l'évolution de l'énergie stockée mesurée pour l'ensemble des orientations avec celle de la proportion de joints de gains présentée Figure 5.4.5. Si le nombre de parois augmente il est d'autant plus normal que la valeur d'énergie mesurée sur l'ensemble de ces parois augmente également.

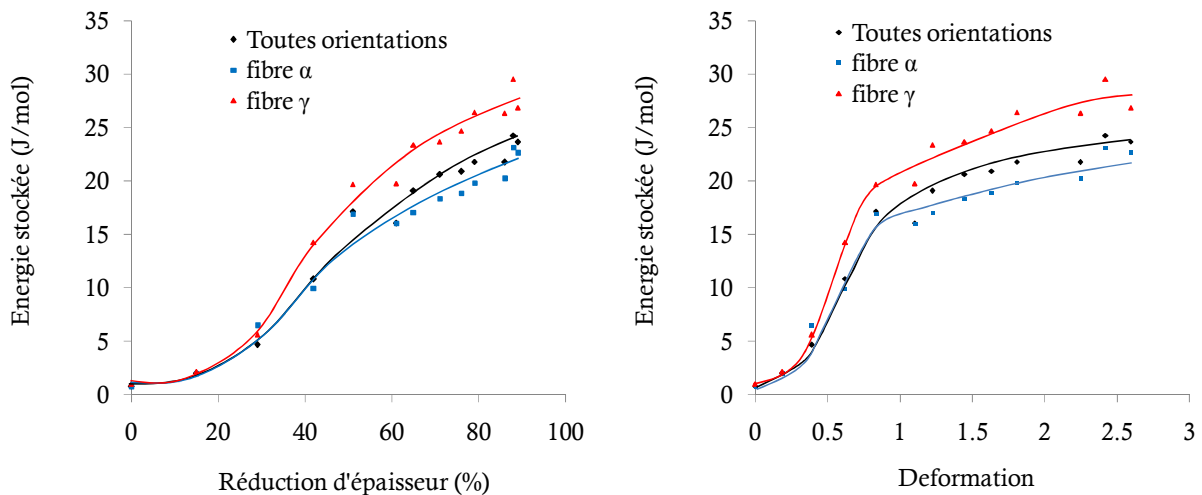


Figure 5.6.8 : Evolution de l'énergie stockée (estimée par l'étude de la sous-structure de déformation) en fonction de la réduction d'épaisseur ou de la déformation

D'une valeur presque nulle, l'énergie stockée dans les grains des deux fibres est sensiblement égale jusqu'à 40% de laminage. Ensuite l'énergie dans les parois s'élève à près de 30J/mol pour les grains de la fibre γ contre 20J/mol pour ceux de la fibre α en fin de laminage (93%). Après 40% de réduction, lorsque la fragmentation commence, le nombre de parois devient en effet plus important dans la fibre γ que dans la fibre α . La fragmentation de la fibre γ , après 93% de réduction a été estimée 1,2 fois supérieure à celle de la fibre α (par les désorientations locales les plus répandues) soit un rapport de 3/2, tout comme ici pour les valeurs d'énergie stockée dans ces grains.

5.6.4 Confrontation des différentes mesures

Les valeurs d'énergies stockées estimées par DRX et par l'étude de la sous-structure de déformation du matériau ne sont pas directement comparables. En effet les analyses de profils de raies nous renseignent sur la densité de dislocations isolées tandis que les désorientations locales ne sont causées que lorsque suffisamment de dislocations sont regroupées et forment ainsi des parois (de faible ou de forte désorientation). Avec la méthode basée sur la sous-structure de déformation, l'énergie réellement associée aux parois est alors sous-estimée car les dislocations extrinsèques et isolées sont négligées. Il est donc normal de trouver des valeurs d'énergies stockées supérieures avec la méthode d'analyse de profils de diffraction.

Quelque soit la méthode utilisée, l'énergie stockée dans les grains de la fibre γ est supérieure à celle stockée dans les grains de la fibre α . A 80% de réduction, l'énergie moyenne mesurée par l'étude de la sous-structure dans la fibre γ est de 26J/mol contre 20J/mol dans la fibre α . Ces valeurs sont proches de celles mesurées par diffraction des rayons X dans un acier duplex (par la méthode de reconstruction de l'EsDF) par Etter et al [87], de 18J/mol pour la fibre γ et 11J/mol pour la fibre α .

Chapitre 6

Modélisation micromécanique de la déformation

6.1 Objectifs

Dans le chapitre précédent nous avons estimé expérimentalement les hétérogénéités de déformation, en termes de microstructure et de texture pour différents taux de laminage à froid. Un effort particulier a été réalisé pour que ces informations soient les plus statistiques, donc représentatives du matériau.

Nous souhaitons maintenant établir des relations entre comportement mécanique et microstructures à l'aide d'un modèle micromécanique. Pour commencer, une description rapide du modèle est proposée. Ensuite des confrontations entre paramètres expérimentaux et paramètres issus de ce modèle seront discutées.

6.2 Description du modèle micromécanique

6.2.1 Transition d'échelle

Pour prévoir la réponse locale et globale d'un acier, une approche micromécanique qui permet l'évolution microstructurale (particulièrement le développement de la texture cristallographique) du polycristal est développée au sein du LPMTM. Le polycristal est vu comme un matériau composite avec un grand nombre de phases mécaniques et une topologie granulaire. Les grains de même orientation cristalline constituent une phase du matériau. Un procédé d'homogénéisation fournit alors une évaluation de la réponse macroscopique et d'une description statistique des champs d'efforts et de contraintes dans chaque écart type de phase.

Le modèle affine utilisé dans cette étude repose sur un calcul direct de la réponse du polycristal utilisant une linéarisation tangente du comportement local. Le choix de ce modèle réside dans les confrontations à des bornes rigoureuses existantes sur l'énergie effective [88].

6.2.2 Loi locale

Différents modèles d'écrouissage phénoménologiques décrivent le comportement du polycristal sans prendre en compte les aspects physiques de la plasticité [89, 90]. Un moyen d'y remédier est de prendre en considération la densité de dislocations dans les modèles. C'est le cas par exemple des modèles de Estrin et Mecking [91] ou de Tabourot [92]. Dans notre étude, nous utilisons la description proposée par Peeters [93] où les dislocations sont classées dans trois catégories (illustration Figure 6.2.1) :

- les dislocations contenues dans les cellules (ρ) ;
- celles présentes au niveau des joints de grain, parallèles au plan de glissement fortement activé, prises immobiles (ρ^{wd}) ;
- les dislocations mobiles au niveau de ces joints de grain, lorsque la densité de dislocations est suffisamment importante pour provoquer une "polarisation" de ces joints (ρ^{wp}).

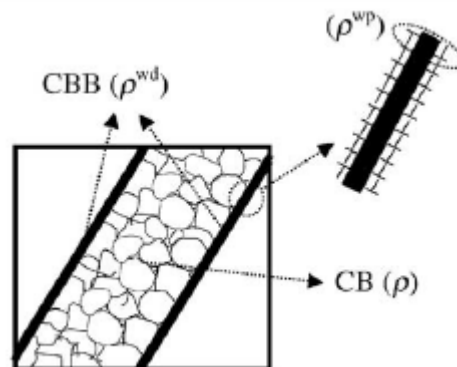


Figure 6.2.1 : Représentation schématique de la microstructure [93] : CBB pour Cell-Block Boundary, parallèles aux plans $\{110\}$, les systèmes de glissement les plus activés et CB pour Cell Boundary

Dans le cas des cristaux cubiques centrés, le glissement intervient dans les directions $\langle 111 \rangle$. On peut considérer un, deux ou trois systèmes de glissement, selon les plans $\{110\}$, $\{112\}$, $\{123\}$. Ici seuls les systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$ sont utilisés pour calculer l'activité de glissement. Cette approximation est justifiée par l'étude expérimentale réalisée dans le chapitre 3 montrant que 70% des traces proviennent d'un plan de glissement selon $\{110\}\langle 111 \rangle$, les 30% restant pouvant être attribuées au plan de glissement $\{112\}\langle 111 \rangle$.

Durant l'écrouissage une ou deux familles de parois (ou CBBs pour Cell Block Boundaries) sont construites. La première famille, la plus importante, est parallèle au plan qui contient les deux directions présentant le plus d'activité de glissement (1). La seconde famille est réalisée de la même manière, à partir de la direction de glissement de plus forte activité et de celle présentant la troisième plus forte activité (2).

$$\dot{\rho}_1^{wd} = \left(I^{wd} \sqrt{\rho_1^{wd}} - R^{wd} \rho_1^{wd} \right) (\dot{\Gamma}_2 + \dot{\Gamma}_1) \quad (3)$$

$$\dot{\rho}_2^{wd} = \left(I^{wd} \sqrt{\rho_2^{wd}} - R^{wd} \rho_2^{wd} \right) (\dot{\Gamma}_3 + \dot{\Gamma}_1) \quad (4)$$

Avec I^{wd} un paramètre géométrique caractérisant la construction des murs de dislocations ; R^{wd} un paramètre de structure prenant en considération température et vitesse de déformation qui caractérise la restauration entre dislocations mobiles et immobiles ; $\dot{\Gamma}_j$ le taux de glissement sur la direction la plus activée indiquée j.

Dans le cas où seules deux directions ont une activité de glissement, seule une famille de CBBs est créée. Lorsque l'activité de glissement change (rotation du cristal) les anciens murs coexistent avec les nouveaux mais ne stockent pas de dislocations supplémentaires. Des interactions avec des dislocations non coplanaires finissent par détruire les anciens murs.

6.2.3 Identification

Les premiers paramètres utilisés sont ceux publiés par Peeters [94], obtenus par identification des réponses contraintes-déformation de cinq tests mécaniques différents sur un acier IF laminé à froid puis recuit. Les constantes du matériau sont données dans le Tableau 6.2.1.

b (m)	G (MPa)	α	f	τ^0 (MPa)
2.48×10^{-10}	8.16×10^4	0.2	0.2	42.0

Tableau 6.2.1 : Valeurs des constantes matériau : vecteur de Burgers b, module de cisaillement G, paramètre d'interaction entre dislocations α , fraction volumique de murs f et contrainte initiale τ^0 [94]

	I	I^{wd}	I^{wp}	R (m)	R^{wd} (m)	R^{wp} (m)	R_{ncg} (m)
Paramètres initiaux[94]	2.2×10^{-2}	9.4×10^{-1}	5×10^{-2}	2.3×10^{-9}	2.6×10^{-8}	3.8×10^{-9}	1.0×10^{-8}
Paramètres Identifiés (1)	2.2×10^{-2}	9.4×10^{-1}	5×10^{-2}	8.5×10^{-10}	2.6×10^{-8}	3.8×10^{-9}	2.3×10^{-9}
Paramètres Identifiés (2)	2.25×10^{-2}	1.92	1.27×10^{-1}	1.12×10^{-9}	2.69×10^{-8}	5.0×10^{-9}	2.87×10^{-9}

Tableau 6.2.2 : Paramètres matériau initiaux [94] et identifiés après un calcul de minimisation sur une texture de déformation de 42% (1) ou seulement sur les orientations α de cette texture (2)

La prévision des textures étant primordiale dans cette étude il nous a semblé important d'en tenter une amélioration par une identification basée justement sur une texture de déformation. Pour cela un calcul de minimisation a donc été effectué sur ces paramètres à partir d'une texture expérimentale correspondant à 42% de laminage. Les paramètres identifiés ainsi que les paramètres initiaux utilisés sont présentés dans le Tableau 6.2.2. Les paramètres notés I sont des coefficients d'interaction entre dislocations mobiles et immobiles. Ceux dénotés R sont des paramètres équivalents du point de vue de la restauration.

Le seul paramètre qui ait varié lors de la première identification est R_{ncg} . C'est un coefficient de restauration de parois non générées continument, c'est-à-dire des anciennes parois qui se sont

désintégrées au cours de la déformation. Lors de la seconde identification, basée sur une texture de fibre α , d'autres paramètres ont été modifiés mais les différences en termes de prévision des textures ne sont malheureusement pas significatives. Les coupes à $\varphi_2=45^\circ$ de l'espace d'Euler des ODF calculées après une réduction de 76% sont présentées dans le Tableau 6.2.3.

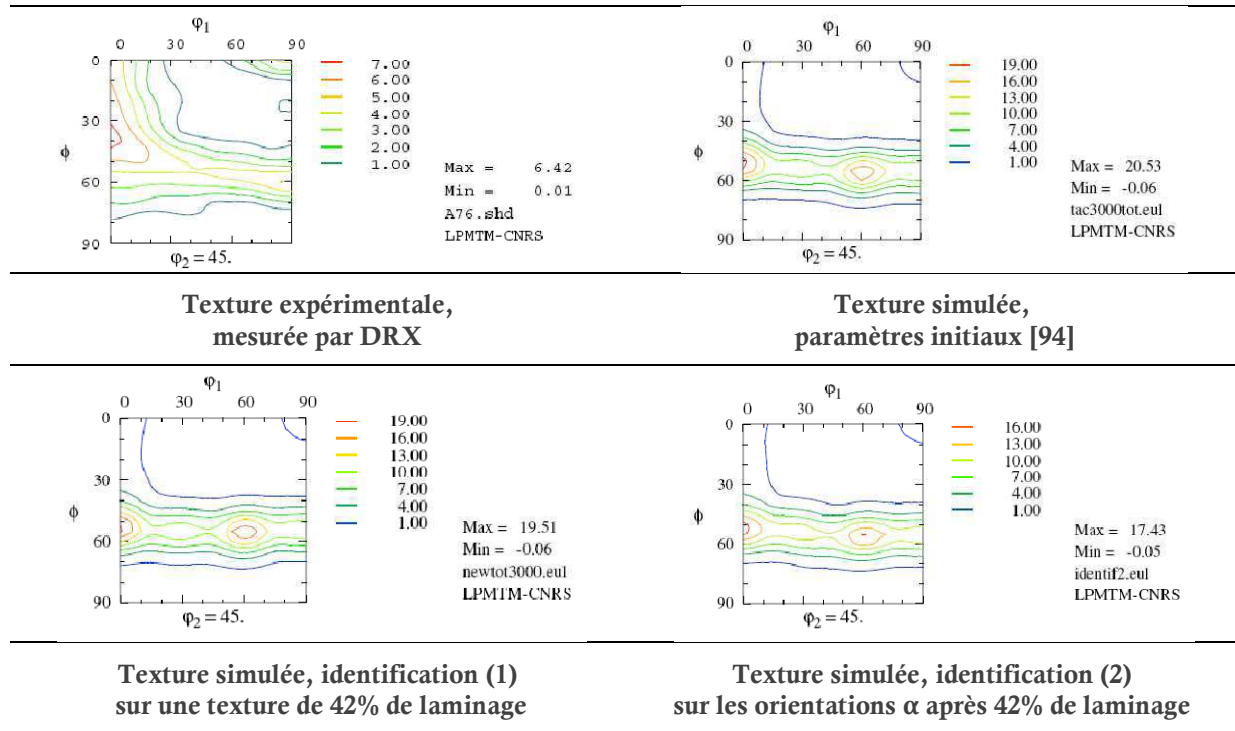


Tableau 6.2.3 : Comparaisons des textures expérimentales (DRX) et simulées (avant et après identification) après 76% de réduction en partant d'une texture de tôle à chaud expérimentale, coupes à $\varphi_2=45^\circ$ des ODF calculées à l'aide d'une gaussienne de 10° jusque $L_{\max}=22$

6.3 Confrontations expérimentales

6.3.1 Bandes ou traces de déformation

Pour comparer les traces expérimentales aux murs de dislocations prévus par le modèle, nous avons simulé la texture initiale par 3000 orientations extraites de façon aléatoire dans un fichier EBSD de la tôle à chaud.

A partir des observations EBSD l'orientation du grain près de chaque trace expérimentale (g_{exp}) est connue et ce pour chaque état de déformation observé (réduction de 15, 30, 40 et 50% d'épaisseur). A partir du modèle nous avons 3000 nouvelles orientations pour ces mêmes taux de déformation. Pour chaque orientation g_{exp} nous extrayons alors du modèle l'orientation la plus proche contenue dans cette liste de 3000 orientations, soit g_{sim} . La désorientation entre g_{exp} et g_{sim} est toujours inférieure à 5° .

Ensuite, la densité de dislocation et l'inclinaison de chaque paroi sont connues pour cet ensemble d'orientations g_{sim} proches d'orientations expérimentales. Nous comparons alors les inclinaisons expérimentales à celles des deux parois dont les densités de dislocations sont les plus élevées. Une illustration de ce mode opératoire est proposée Figure 6.3.1.

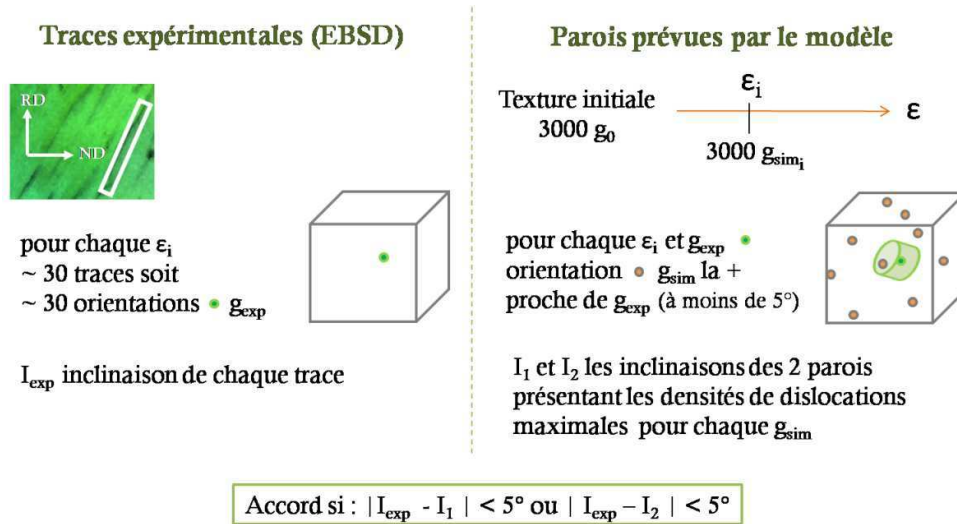


Figure 6.3.1 : Schéma du mode opératoire pour la confrontation des inclinaisons des traces expérimentales et des parois simulées

Une concordance de $66\% \pm 7\%$ entre les observations de traces expérimentales et les prévisions d'inclinaison de murs de dislocation est obtenue. Il est également important de noter que pour la grande majorité de traces qui ne correspondent pas à cette prévision de murs de dislocations, les grains qui contiennent ces traces présentent des gradients élevés de désorientations.

Une autre façon d'interpréter ce résultat est proposée à la Figure 6.3.2. L'inclinaison du mur le plus peuplé de dislocations d'après le modèle Affine est tracée en fonction du taux de réduction. Les barres d'erreurs représentent les inclinaisons de parois différentes de même densité de dislocations. En pointillés est ensuite reporté l'écart-type des inclinaisons de l'ensemble des traces de déformations observées sur les cartographies EBSD.

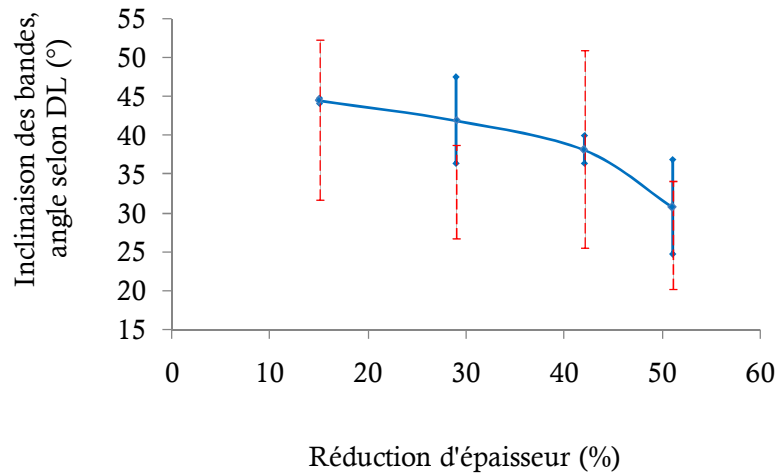


Figure 6.3.2 : Inclinaison expérimentale des bandes de glissement en rouge et prévision de l'inclinaison des parois créées par le système le plus actif par le modèle en bleu

6.3.2 La fragmentation

A chaque pas de temps ou incrément de déformation on peut extraire des données pour chacune des 3000 orientations évoluant au cours de la déformation. Nous avons dans un premier temps tenu à différencier ces valeurs pour les pour les fibres α et γ , définies à $\pm 15^\circ$. Les valeurs de densité de dislocations présentes dans les cellules ou cumulées dans les parois au cours de la déformation sont représentées Figure 6.3.3 en fonction de la déformation.

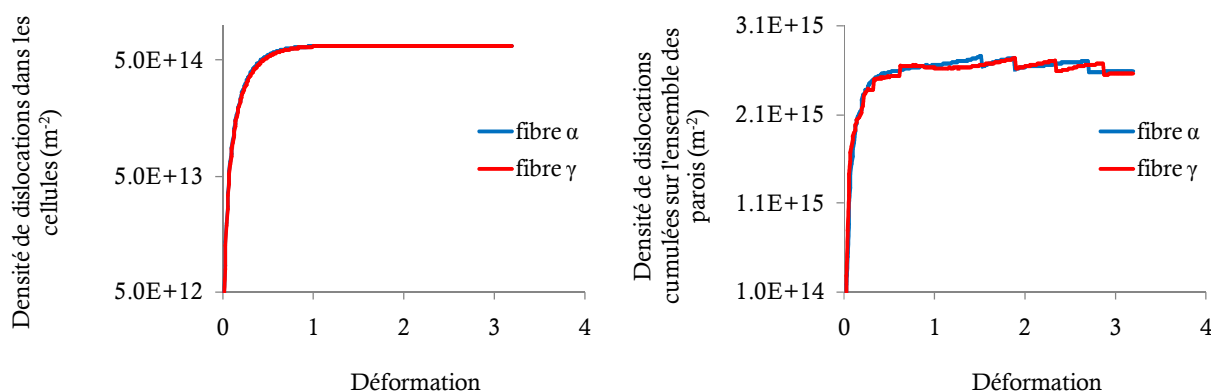


Figure 6.3.3 : Densité de dislocations dans les cellules, à gauche : cumulée au cours de la déformation dans les parois ; à droite : les valeurs cumulées sur la totalité des parois existantes à chaque instant de la déformation

Les densités de dislocations, contenues dans les parois ou dans les cellules sont sensiblement égales pour les grains de la fibre α ou de la fibre γ et ce quelque soit le taux de déformation. L'étude expérimentale des désorientations locales nous avaient pourtant permis d'estimer une désorientation intragranulaire dans les grains de la fibre γ d'environ 1,2 fois plus importante que celle de la fibre α après 93% de réduction, soit une déformation égale à 3,14.

Une étude de la fragmentation ayant été menée sur des orientations distinctes, nous avons fait de même avec le modèle. Les quatre orientations particulières, notées B, C, D et F (listées dans le Tableau 6.3.1), au milieu des 3000 orientations initiales ont été suivies au cours de la déformation.

	Orientations	φ_1	Φ	φ_2
B	$\{112\} \langle 110 \rangle$	0	35.3	45
C	$\{111\} \langle 110 \rangle$	0	54.7	45
D	$\{554\} \langle 225 \rangle$	90	60.5	45
F	$\{111\} \langle 112 \rangle$	90	54.7	45

Tableau 6.3.1 : Orientations spécifiques étudiées, angles d'Euler en degrés

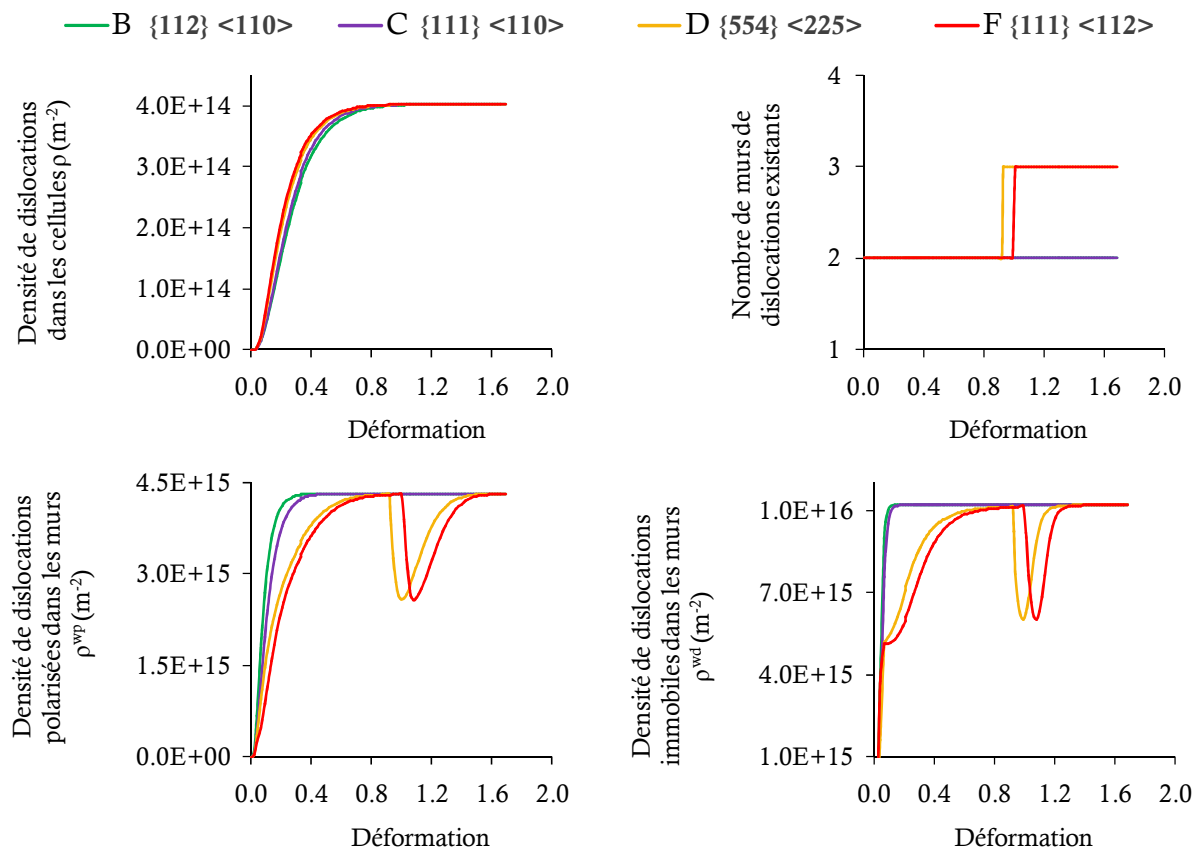


Figure 6.3.4 : Evolution de la densité de dislocations présentes dans les cellules, du nombre de parois existantes ainsi que des densités de dislocations polarisées et immobiles au cours de la déformation

Sur la Figure 6.3.4 on peut suivre différentes quantités calculées pour ces quatre orientations : nombre de murs existants, densité de dislocations dans les cellules ainsi que dans les parois, polarisées ou immobiles.

On s'aperçoit que les orientations B et C ont des comportements très proches. Seules deux parois coexistent jusque 76% de réduction. L'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$ a, pour la fragmentation, un comportement proche de la fibre α et non de la fibre γ .

En revanche les orientations D et F se fragmentent davantage avec la création d'une paroi supplémentaire au-delà de 60% de réduction. Ceci est parfaitement en accord avec nos observations microstructurales.

La brusque diminution de la densité de dislocations contenue dans les murs de dislocations pour les orientations D et F qui intervient autour de $\varepsilon=1$ correspond à la création d'un nouveau mur pour ces orientations. Ceci est dû au fait que la densité de dislocations est normée en fonction du nombre de murs de dislocations existants à chaque pas de déformation.

6.3.3 Axes de désorientation

La quantité de rotation autour des axes macroscopiques a été calculée pour chacune des orientations particulières étudiées précédemment pour quatre taux de réduction : 5%, pour voir les premières étapes de la déformation puis 51%, 76% et 93%. Les valeurs absolues sont représentées dans la Figure 6.3.5, avec en bleu la quantité de rotation selon DL, en rouge selon DT et en vert selon DN.

La première remarque que l'on peut faire est que l'orientation $\{112\}\langle 110 \rangle$ est très stable, elle tourne très peu au cours de la déformation, et toujours autour de l'axe macroscopique DL.

En ce qui concerne l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$ sa rotation est très importante au début de la déformation puis diminue mais s'effectue toujours autour de DL également, présentant une fois de plus un comportement plus fibre α que fibre γ .

Les orientations D et F ont des comportements assez similaires sans véritable axe de rotation privilégié lors des premières réductions d'épaisseur. On remarque ensuite une diminution de la rotation autour de DT qui se fait au profit de DL et DN en fin de laminage. C'est également ce que nous avons observé expérimentalement avec les axes de désorientations pour les grains de la fibre γ . Pour 93% de réduction en revanche la rotation s'effectuait autour de DN uniquement.

Expérimentalement nous avons également trouvé que les orientations la fibre α étaient désorientées autour d'un axe DL lorsque la texture se renforçait autour de cette fibre. On voit qu'avec ce modèle la quantité de rotation autour de DL pour ces orientations diminue, ne permettant pas à la fibre α de se renforcer.

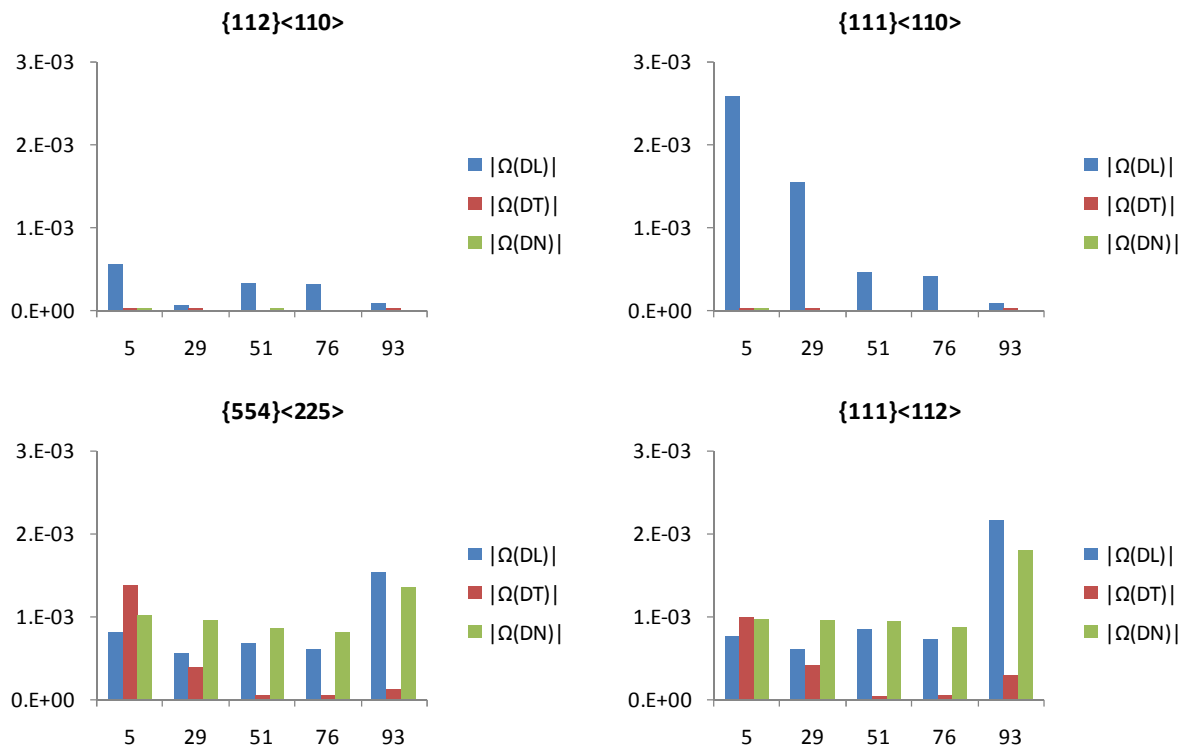


Figure 6.3.5 : Taux de rotation en valeur absolue selon les axes macroscopiques DL, DT et DN pour les orientations B, C, D, F après 5%, 29%, 51%, 76% et 93% de réduction d'épaisseur du matériau

6.3.4 Textures de déformation

Les textures de laminage ont été simulées à partir de la texture expérimentale de la tôle à chaud (constituée de 3000 orientations discrètes extraites d'une cartographie EBSD réalisée sur la tranche du matériau de réception).

Les textures expérimentales mesurées par DRX et celles simulées sont présentées Figure 6.3.6 pour des réductions de 29%, 51%, 76% et 93%.

Si la texture après 29% de réduction prévue par le modèle n'est pas trop éloignée de la texture expérimentale, les différences entre modélisation et expérience se creusent lorsque la déformation augmente. La fibre α , très présente à l'état déformé n'est pas correctement reproduite. Avec le modèle, la fibre γ s'intensifie bien au cours de la déformation mais le maximum d'intensité est prévu en $\{111\}\langle 110 \rangle$ et non en $\{111\}\langle 112 \rangle$ comme observé expérimentalement.

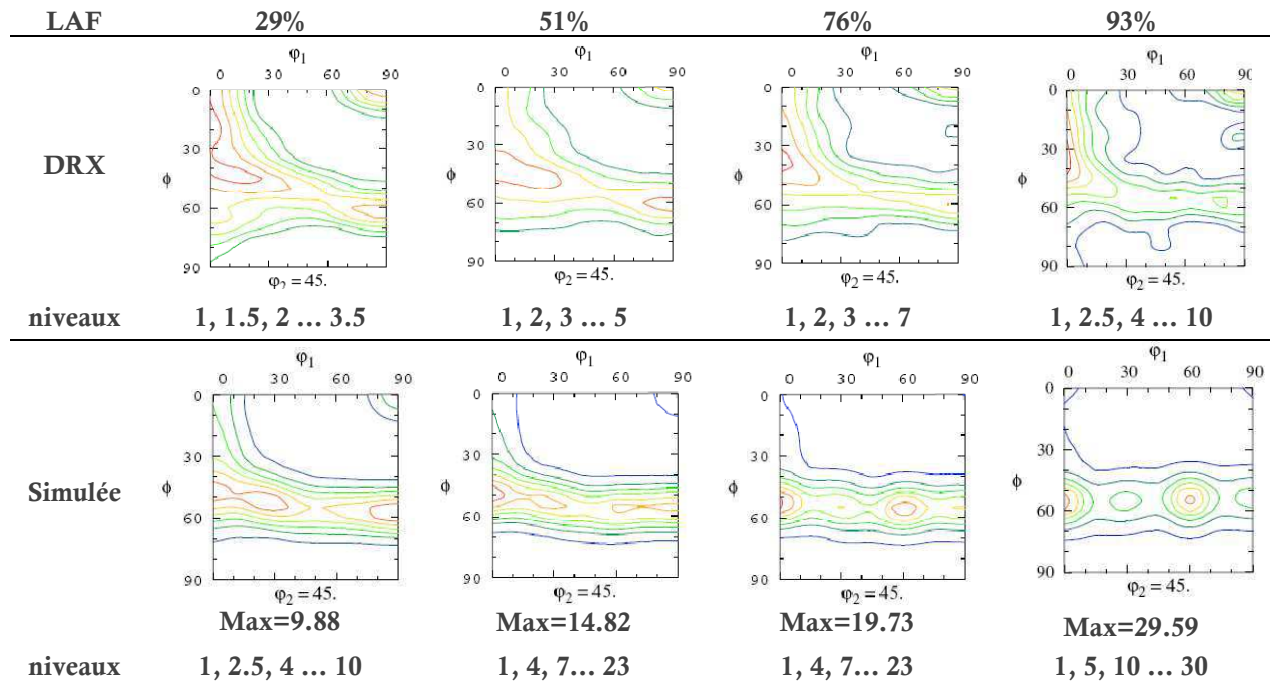


Figure 6.3.6 : Textures expérimentales mesurées par DRX à mi-épaisseur et simulée après 29%, 51%, 76% et 93% de réduction par laminage

6.4 Discussion

6.4.1 Influence de la texture initiale

Dans la littérature on trouve de nombreux résultats de textures de déformation simulées mais les données d'entrées ne sont pas toujours les mêmes. Dans notre étude nous avons fait le choix de prendre la texture mesurée du matériau de réception mais certains partent d'une texture expérimentale ou simulée de déformation. Afin de mesurer les écarts qu'elles peuvent engendrer, différentes textures initiales ont été testées, toutes composées de 1000 orientations :

- 1) Texture isotrope ;
- 2) Texture expérimentale de la tôle à chaud ;
- 3) Texture de déformation expérimentale après 29% de laminage ;
- 4) Orientations appartenant à la fibre α (à moins de 5° de l'orientation idéale) issues de la texture expérimentale de la tôle à chaud ;
- 5) Orientations appartenant à la fibre γ (à moins de 5° de l'orientation idéale) issues de la texture expérimentale de la tôle à chaud.

Les résultats sont présentés Figure 6.4.1 pour des réductions de 29, 51, 76 et 93% pour chacune des orientations initiales notées 1 à 5.

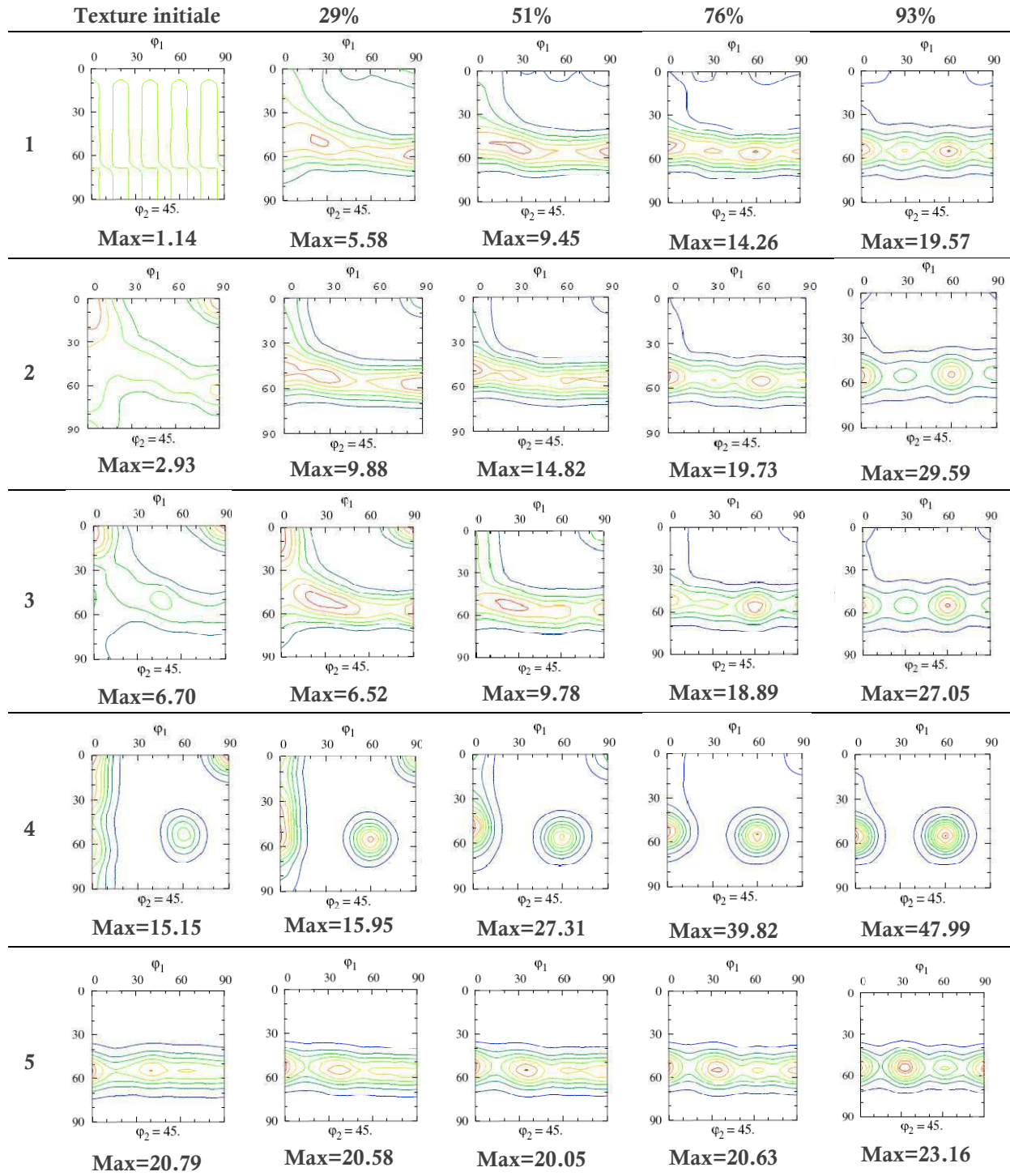


Figure 6.4.1 : Comparaisons des textures de déformation pour 29%, 51%, 76% et 93% de réduction par laminage à partir de textures initiales différentes, (1) texture isotrope, puis textures issues de données expérimentales EBSD : (2) tôle à chaud; (3) texture après 29% de laminage ; (4) orientations à moins de 5 degrés de la fibre α issues de la tôle à chaud ; (5) orientations à moins de 5 degrés de la fibre γ issues de la tôle à chaud

En partant d'une fibre α , la texture de déformation est composée majoritairement de l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$. Cette composante est par ailleurs obtenue quelque soit la texture initiale testée. Elle est tout de même moins présente avec une texture γ initiale du fait de son fort renforcement en $\{111\}\langle 112 \rangle$.

En revanche, que l'on prenne une texture de faible déformation ou de tôle à chaud initialement, la texture de déformation obtenue est très similaire.

La mauvaise prise en compte de la fibre α , c'est-à-dire sa grande instabilité qui conduit toutes ces orientations à tourner vers l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$, semble être la principale cause de la mauvaise prévision des textures cristallographiques.

6.4.2 Comparaisons avec le modèle de Taylor

Du fait des lois locales et des données d'entrées rarement prises égales dans les modélisations de la déformation des polycristaux, les confrontations entre modèles sont rares dans la littérature. La loi d'écrouissage implémentée dans le modèle Affine au LPMTM ayant été initialement décrite et utilisée dans un modèle de Taylor [93] sans prévisions des textures, nous avons souhaité comparer les résultats en termes de textures en sortie de ce modèle et du modèle Affine. Pour cela nous avons modélisé les textures de laminage à partir de la texture expérimentale de la tôle à chaud.

Deux lois d'écrouissages saturantes ont été utilisées afin d'estimer l'impact de la loi « physique » décrite par Peeters [93] sur la prévision des textures de déformation. La première loi utilisée est donc celle décrite par Peteers dont les paramètres ont été présentés dans le Tableau 6.2.2.

Pour la seconde loi d'écrouissage, nous avons choisi la description proposée par Kocks [89]. Dans ce modèle, l'évolution de la cission critique d'activation du glissement est la même quelque soit le système de glissement. La matrice d'écrouissage h , ne contient que des termes h_0 identiques définis par :

$$h_0 = H_0 \left(\frac{\tau_{sat} - \tau_c}{\tau_{sat} - \tau_i} \right)$$

avec H_0 le module d'écrouissage initial ; τ_i la cission critique initiale et τ_{sat} la cission à saturation de l'écrouissage, reliée à l'état de déformation par :

$$\tau_{sat} = \tau_{sat}^0 \left(\frac{\sum_s \dot{\gamma}^s}{\dot{\gamma}^0} \right)^m$$

avec τ_{sat}^0 , $\dot{\gamma}^0$, et m des paramètres matériau. Dans les simulations suivantes, le coefficient m d'écrouissage est pris égal à 1 tout comme les éléments de la matrice de diagonalisation, de sorte que $h_0 = H_0 = 157 \text{ MPa}$.

Les ODF de ces textures obtenues à l'aide des deux modèles et lois d'écrouissage sont présentées pour des réductions de 29%, 51%, 76% et 93% sur la Figure 6.4.2. Les textures expérimentales mesurées par DRX pour ces mêmes réductions sont rappelées Figure 6.4.3.

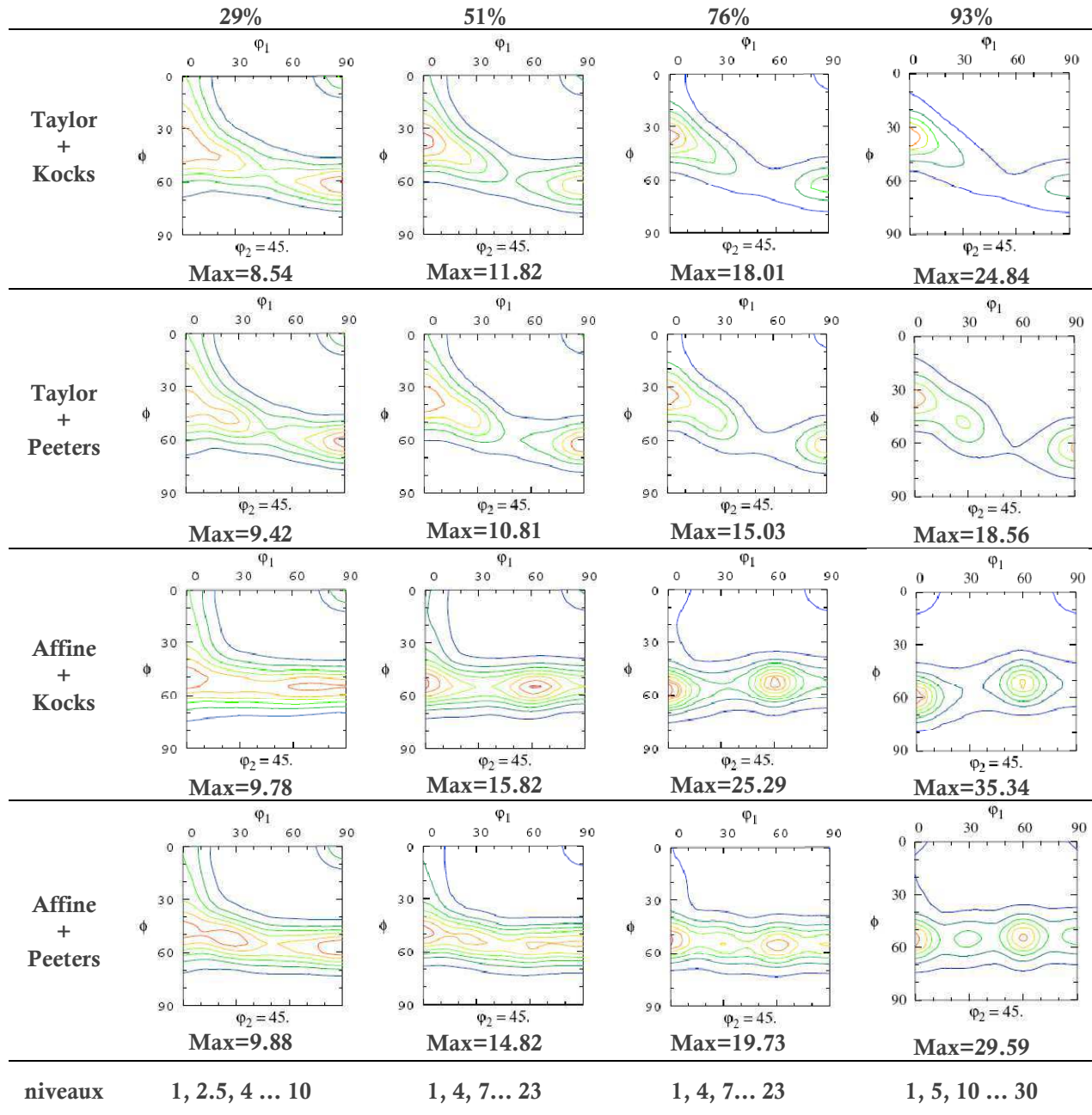


Figure 6.4.2 : Comparaisons des modèles pour la prévision des textures de déformation pour 29, 51, 76 et 93% de réduction par laminage

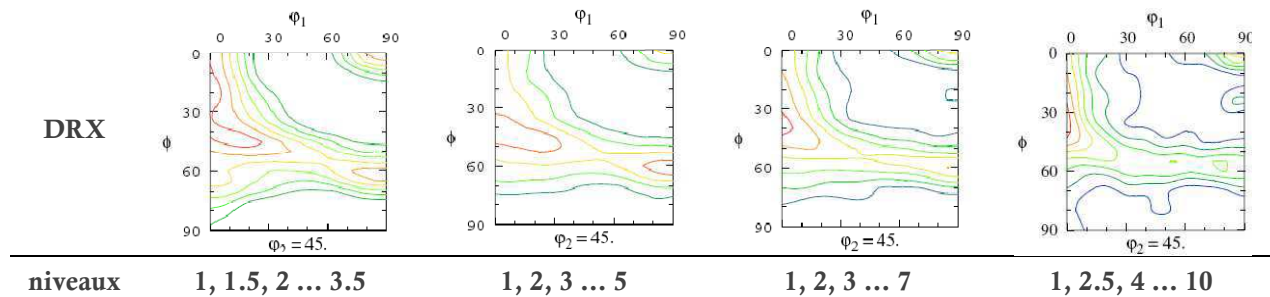


Figure 6.4.3 : Textures expérimentales mesurées par DRX à mi-épaisseur après 29%, 51%, 76% et 93% de réduction par laminage

La loi d'écrouissage proposée par Peeters apporte peu de modifications aux textures de déformation simulées par un modèle de Taylor. Pour le modèle Affine en revanche on distingue de nettes différences. La fibre γ obtenue est plus uniforme et les maxima parfois légèrement décalés par rapport aux textures simulées avec la loi de type Kocks, se rapprochant plus de la texture expérimentale.

Malgré cette amélioration, pour les faibles réductions, le modèle de Taylor permet une meilleure prévision des textures. On retrouve la fibre γ , légèrement inclinée, mesurée expérimentalement ainsi que le maximum en $\{112\}\langle 110 \rangle$ sur la fibre α .

Au-delà de 51% de réduction, aucun des modèles ne reproduit fidèlement les textures expérimentales. Le modèle de Taylor ne prévoit plus de fibre γ , mais seulement un maximum en $\{111\}\langle 112 \rangle$. De son côté le modèle affine ne prévoit plus de fibre α hormis l'orientation $\{111\}\langle 110 \rangle$ mais propose une fibre γ complète.

Nous avons alors tenté une amélioration des prévisions de texture en utilisant une approche de second ordre (SOE). Cette approche variationnelle apporte de nettes améliorations dans le cas des matériaux au contraste mécanique élevé (les matériaux hexagonaux par exemple). Pour l'acier IF nous n'avons pas observé de modifications de textures cristallographiques.

Synthèse sur la modélisation de la déformation

Grâce à une loi locale basée sur une description physique de la microstructure de déformation, les bandes de déformation expérimentales ont pu être simulées à l'aide d'un modèle statistique. La création de parois est plus importante dans les grains de la fibre γ , résultat en accord avec nos observations expérimentales, les grains de la fibre γ étant plus fragmentés. Notons également qu'avec cette description de la microstructure, la stabilité de certaines orientations peut engendrer l'annihilation de murs de dislocations au cours de la déformation. Une modification de ce phénomène, difficile à justifier physiquement, est une perspective d'amélioration de ces prévisions, notamment pour les textures cristallographiques.

Conclusion générale et perspectives

Dans le but de comprendre et modéliser les phénomènes métallurgiques et mécaniques induisant des changements de texture cristallographique dans les aciers bas carbone pour l'automobile, une large gamme de laminage a été choisie, de 15% à 93% de réduction. Les observations expérimentales ont constitué la majeure partie de ce travail. Elles ont ensuite été testées et complétées par un modèle de déformation.

Synthèse des résultats

Les observations multi-échelles ont révélé la présence d'hétérogénéités dans le matériau dès 15% de laminage avec de forts gradients d'orientations. Ensuite les traces de déformation se font nombreuses et on assiste à une fragmentation de certains grains, majoritairement de la fibre γ , les plus désorientés localement, et ce dès 40% de réduction. Ceci conduit à la structure lamellaire composée de grains lisses et de grains fragmentés que l'on connaît après des laminages importants, au delà de 70%. La proportion d'orientations provenant de la fibre α , deux fois supérieure à celle d'orientations de la fibre γ est constante au cours de la déformation tout comme l'avantage en taille pour la fibre γ . Cette différence de taille de grains, observé à l'état déformé est conservé au cours du recuit.

Avec le taux de réduction, les cinétiques de recristallisation s'accroissent mais obéissent toujours au même schéma : un début de recristallisation lent, puis rapide entre 20% et 80% de fraction recristallisée puis de nouveau lent. A partir d'une expérience de recristallisation in-situ on a montré que les grains avaient des comportements différents selon leur orientation mais aussi selon leur morphologie. La mobilité des joints de grains n'est ni continue dans le temps, ni dans l'espace et est très influencée par la sous-structure existante ainsi que par la température et la vitesse du recuit.

Une texture plus faible près des joints de grains a été mesurée avec un renforcement de la fibre α . La forte densité de dislocations près des joints freine certainement la rotation des orientations près de cette région.

Paramètres de la déformation

A travers l'étude de la microstructure par EBSD au cours de la déformation, des calculs de désorientations nous ont amené à proposer une hiérarchie de la fragmentation F par orientation telle que : $F_{\{100\}\langle 110 \rangle} < F_{\{112\}\langle 110 \rangle} < F_{\{111\}\langle 110 \rangle} < F_{\{111\}\langle 112 \rangle} < F_{\{554\}\langle 225 \rangle}$. En ne considérant que les fibres, on ne distingue pas de réelle différence de fragmentation avant 50% de réduction d'épaisseur, mais ensuite seule la fibre γ continue de se fragmenter.

Une autre différence en termes de désorientations entre les fibres concerne leur axe de désorientations préférentiel. En effet, centré sur DT pour les deux fibres avant 60% de déformation, l'axe est ensuite centré autour de DL pour la fibre α et autour de DN pour la fibre γ . Ce changement d'axe de désorientations n'intervient pas en même temps dans la déformation, il apparaît après 60% de réduction pour les grains α puis dans un second temps, autour de 90%, pour les grains γ .

D'autre part, une énergie stockée en moyenne deux fois supérieure dans les grains de la fibre γ a été mesurée après de fortes réductions. Ces résultats vont dans le même sens que les analyses de désorientations réalisées et montrent que la microstructure change majoritairement autour de 60% de laminage.

Modélisation

L'implémentation d'une loi d'écrouissage prenant en compte les dislocations dans un modèle auto-cohérent affine a permis différentes confrontations expérience-modélisation. Tout d'abord, la prévision des textures de déformation, conformes à l'expérience pour les faibles déformations sont trop renforcées sur la fibre γ au-delà de 51% de réduction. Ensuite, la prédiction des systèmes de glissement les plus actifs a été utile pour la comparaison avec les traces expérimentales observées sur les cartographies EBSD. Une concordance de près de 70% a été obtenue.

Par modélisation l'influence d'environnements différents sur le comportement de certaines orientations a été évaluée. Les orientations de la fibre α sont les plus sensibles à ces modifications d'environnement. Une rotation autour d'un axe DL est bien prédite pour ces orientations, ainsi qu'autour de DN pour la fibre γ , mais beaucoup plus tôt dans la déformation qu'observé expérimentalement.

Par ailleurs, le nombre de murs créés sur la fibre γ est plus important, supposant une fragmentation plus importante comme cela a été observé expérimentalement. La densité de dislocations dans les cellules sature plus tôt dans les orientations $\{111\}\langle 112 \rangle$ et $\{554\}\langle 225 \rangle$ que dans $\{112\}\langle 110 \rangle$ et $\{111\}\langle 110 \rangle$. En revanche c'est l'inverse dans les parois avec des densités de dislocations proches de 10^{16}m^{-2} , de l'ordre des densités mesurées par diffraction des rayons X.

Perspectives

Des investigations expérimentales aux échelles les plus fines méritent d'être approfondies. Des indexations automatiques au MET permettraient une meilleure connaissance de la sous-structure de déformation mais également de restauration. Et pourquoi ne pas coupler cette technique avec des recuits in-situ au MET ? En effet les premiers instants de la recristallisation ont révélées de fortes inhomogénéités liées à la microstructure mais seuls quelques grains ont pu être étudiés. D'autre part, l'effet de la précipitation sur la recristallisation de notre matériau n'a pas été étudié. Des précipités de TiC sont pourtant présents et peuvent freiner la migration des joints de grains mais ne sont pas visibles à l'échelle du MEB.

Des études concernant le laminage asymétrique ont montré récemment que cette déformation permettait l'obtention de microstructures très fragmentées ainsi qu'une taille de grain plus petite qu'après un laminage classique. Un enjeu pour les modèles actuels de déformation serait la prédiction des textures après ce type de laminage asymétrique et donc une bonne prise en compte de la fragmentation.

Références bibliographiques

- [1] A. Miroux, "Etude expérimentale et modélisation des mécanismes de formation des textures de recristallisation dans les aciers sans interstitiels stabilisés au titane", thèse de l'Université Paris 13 (1999)
- [2] I. Samajdar, B. Verlinden, L. Kestens, P. Van Houtte, "Physical parameters related to the developments of recrystallization textures in an ultra low carbon steel", *Acta mater.* (1998) 55-65
- [3] B. Li, A. Godfrey, Q.C. Meng, Q. Liu, N. Hansen, "Microstructural evolution of IF-steels during cold-rolling", *Acta Materialia* 52 (2004) 1069-1081
- [4] B. Beausir, L.S. Toth, O. Bouaziz, "Simulation of texture development of plane carbon steel in multipass rolling using analytical flow function", *ICOTOM 14*, Leuven (2005)
- [5] S.H. Park, H.-G. Kang, Y.-D. Lee, J.-C. Lee, M.-Y. Huh, "Effect of the Rolling Draughts on the Evolution of Texture and Microstructures in 17.5 Cr-1.1 Mo Ferritic Stainless Steel Sheet", *ICOTOM 14*, Leuven (2005)
- [6] P. Antoine, "Influence de la microstructure sur n des aciers IF-Ti", thèse de l'Université de Lille (2003)
- [7] D. Kuhlmann-Wilsdorf, N. Hansen, *Scripta Metall. Mater.* 25 (1991) 1557
- [8] G. Shigesato, E.F. Rauch, "Dislocation structure misorientations measured with an automated electron diffraction pattern indexing tool", *Materials Science Eng. A* 462, 1-2 (2006) 402-406
- [9] A. Uenishi, C. Teodosiu, H.V. Nesterova, "Microstructural evolution at high strain rates in solution-hardened interstitial free steel", *Mater. Sci. Eng. A* 400-401 (2005) 499-503
- [10] B. Li, A. Godfrey, Q. Liu, "Subdivision of original grains during cold-rolling of interstitial-free steel", *Scripta Materiala* 50 (2004) 879-883

- [11] A. Samet-Meziou, "Etude des mécanismes de recristallisation dans un IF-Ti après faible déformation par laminage ou par traction", thèse 2005
- [12] E.R. Rauch, A. Duft, "Orientation maps derived from TEM diffraction patterns collected with an external CCD camera", ICOTOM 14, Leuven (2005)
- [13] D.J. Dingley, "Extension of Orientation Mapping to the transmission electron microscope", Proceedings of ICOTOM 14, Leuven (2005)
- [14] H. Inagaki, "Fundamental aspect of texture formation in low carbon steel", ISIJ Int. 34, 4 (1994) 313-321
- [15] M.D. Nave, M.R. Barnett, "Texture change near grain boundaries and triple points in cold-rolled interstitial-free steel", Materials Science and Engineering A 386 (2004) 244-253
- [16] J.-Y. Kang, D.-I. Kim, K.H. Oh, H.-C. Lee, "Orientation spread in deformed grains and its relevance to recrystallization texture development in IF steels", Proceedings of Recrystallization and Grain Growth, (2004)
- [17] F.J. Humphreys, Proceedings of Recrystallization and Grain Growth III (2007)
- [18] Q. Xue, G.T. Gray, Metallurgical and Materials Transactions A , 37 A (2006) 2447-2458
- [19] B.J. Duggan, M.Z. Quadir, Q.Z. Chen, K. Shen, Y.Y. Tse, "Origin of the deformation microstructure in IF steel after medium cold rolling reductions", Proceedings of ICOTOM 14, Leuven (2005)
- [20] A. Haldar, X. Huang, T. Leffers, N. Hansen, R.K. Ray, "Grain orientation dependence of microstructures in warm rolled IF steel", Acta Materialia 52 (2004) 5405-5418
- [21] M.R. Barnett, J.J. Jonas, "Influence of ferrite rolling temperature on microstructure and texture in deformed low carbon and IF steels", ISIJ Int. vol. 37 n°7 (1997) 697-714
- [22] M.Z. Quadir, N. Mateescu, L. Bassman, W. Xu, M. Ferry, "Three-dimensional morphology of microbands in a cold-rolled steel", Scripta Materiala 57 (2007) 977-980
- [23] K. Wierzbanski, A. Baczmanski, J. Tarasiuk, P. Lipinski, B. Bacroix, A. Lodini, "Stored Energy and Recrystallization in Cold Rolled Steel", Mat. Sc. Forum, 558-559 (2007) 1207-1212
- [24] B. Bacroix, A. Miroux, O. Castelnau, "Simulation of the orientation dependence of stored energy during rolling deformation of low carbon steels", Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. 7 (1999) 851-864
- [25] I.L. Dillamore, C.J.E. Smith, T.W. Watson, "Oriented nucleation in the formation of annealing textures in iron", Metal. Sc. Jour. 1 (1967) 49-54
- [26] S. Diligent, E. Gautier, X. Lemoine, M. Berveiller, "Lattice orientation dependence of the stored energy during cold rolling of polycrystalline steels", Acta mater. 49, 19 (2001) 4079-4088

- [27] H. Takechi, ISIJ Int. 34 (1994) 1
- [28] S.-H. Choi, Y.-S. Jin, "Evaluation of stored energy in cold-rolled steels from EBSD data", Materials Science and Engineering A371, 149-159 (2004)
- [29] M. Wilkens, Phys. Stat. Sol. A, 2 (1970) 359
- [30] I. Groma, "X-Ray line broadening due to an inhomogeneous dislocation distribution", Phys. Rev. B 13 (1998) 7535-7542
- [31] A. Borbély, J.H. Driver, T. Ungar, "An X-ray method for the determination of stored energies in texture components of deformed metals; Application to cold worked ultra high purity iron", Acta mater. (2000) 2005-2016
- [32] B.E. Warren, B.L. Averbach, J. Appl. Phys. 21 (1950) 595
- [33] E. Warren, B.L. Averbach, J. Appl. Phys. 28 (1952) 497
- [34] H. Réglé, "Recristallisation et genèse des textures dans les tôles d'aciers à basse teneur en carbone", Thèse d'habilitation à diriger des recherches (2005) Université Paris 13
- [35] H. Réglé, "Mechanisms of Microstructure and Texture Evolution during Recrystallisation of Ferritic Steels Sheets", Proceedings of The first joint Conference ReX&GG (2001) 707-717
- [36] P. Eriau, "Etude expérimentale et analyse numérique de l'influence des hétérogénéités induites par la déformation à froid sur la recristallisation primaire d'un acier IF-Ti", Thèse de l'Ecole Centrale Paris (2003)
- [37] M. Arminjon, B. Bacroix, "On plastic potentials for anisotropic metals and their derivation from the texture function", Acta Mech. 88 (1991) 219
- [38] M. Crumbach, G. Pomona, P. Wagner, G. Gottstein, "A Taylor type deformation texture model considering grain interaction and materials properties. Part I – Fundamentals", Proceedings of The first joint Conference ReX&GG (2001) 1053-1060
- [39] P. Van Houtte, S. Li, M. Seefeldt, L. Delannay, "Deformation texture prediction: from the Taylor model to the advanced Lamel model", International Journal of Plasticity 21 (2005) 589-624
- [40] P. Bate, "Modelling deformation microstructure with the crystal plasticity finite-element method", Philos. T. Roy. Soc. A 357- 1756 (1999) 1589
- [41] J.D. Eshelby, "The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems", Proc. Roy. Soc., London (1957) 376-396
- [42] R. Brenner, O. Castelnau, B. Bacroix, "Potentiality of mean-field approaches for recrystallization: Characterization of the deformed state of polycrystals", Proceeding of Recrystallization and Grain Growth, Annecy (2004)

- [43] M. Berveiller, A. Zaoui, "An extension to the self-consistent scheme to plastically-flowing polycrystals", *J. Mech. Phys. Sol.* 26 (1979) 325-344
- [44] R. Masson, M. Bornert, P. Suquet, A. Zaoui, "An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 48 (2000) 1203-1227
- [45] V.J. Martinez, J.I. Verdeja, J.A. Pero-Sanz, "Interstitial-free steel: Influence of α -phase hot-rolling and cold-rolling reduction to obtain extra deep-drawing quality", *Materials Characterization* 46 (2001) 45-53
- [46] F.J. Humphreys, M. Hatherly, "Recrystallization and related Annealing Phenomena", Pergamon (1996)
- [47] J.J. Jonas, T. Urabe, "Oriented nucleation and selective growth during the annealing of IF steels", *ISIJ Int.* (1994) 77-94
- [48] F. Emren, U. Von Schlippenbach, K. Lucke, "Investigation of the development of the recrystallization textures in deep drawing steels by ODF analysis", *Acta metal.* 34 (1986) 2105-2117
- [49] R. Sebal, G. Gottstein, "Modelling of recrystallization textures: interaction of nucleation and growth", *Acta Materiala* 50 (2002) 1587-1598
- [50] B. Hutchinson, L. Ryde, P. Bate, "Transformation Textures in Steels", *Proceedings of ICOTOM 14, Leuven* (2005)
- [51] T.J. Sabin, G. Winther, D. Juul Jensen, "Orientation relationships between recrystallization nuclei at triple junctions and deformed structures", *Acta mater.* 51 (2003) 3999-4011
- [52] A.W. Larsen, C. Gundlach, H.F. Poulsen, L. Margulies, Q. Xing, D. Juul Jensen, "In-situ investigation of bulk nucleation by X-ray diffraction", *Proceedings of Recrystallization and Grain Growth, Annecy* (2004)
- [53] D. Juul Jensen, A.W. Larsen, "Orientations of recrystallization nuclei studied by 3DXRD", *Proceedings of ICOTOM 14, Leuven* (2005)
- [54] M. Kiaei, "Etude des mécanismes de recristallisation dans des aciers bas carbone", thèse Université Paris 13 (1996)
- [55] I. Samajdar, B. Verlinden, P. Van Houtte, D. Vanderschueren, " γ -Fibre recrystallization texture in IF-steels: an investigation on the recrystallisation mechanisms", *Materials Science and Engineering A* 238 (1997) 343-350
- [56] N.C.A Seaton, D.J. Prior, "Nucleation during Recrystallization in Ti-SULC steel", *Proceedings of Recrystallization and Grain Growth, Annecy* (2004)
- [57] M.Z. Quadir, Y.Y. Tse, K.T. Lam, B.J. Duggan, "Rolling and recrystallization texture of cold rolled IF steel", *Proceedings of Recrystallization and Grain Growth, Annecy* (2004)

- [58] K. Verbeken, L. Kestens, J.J. Jonas, "Microstructural study of orientation change during nucleation and growth in a cold rolled ULC steel", *Scripta Materialia* 48 (2003) 1457-1462
- [59] M.Z. Quadir, B.J. Duggan, "Deformation banding and recrystallization of α fibre components in heavily rolled IF steel", *Acta Materiala* 52 (2004) 4011-4021
- [60] H. Réglé, D. Grandemange, A. Miroux, B. Bacroix, "Recrystallisation Textures Modelling of Steels", *Materials Science Forum* vols. 408-412 (2002) 451-456
- [61] I. Samajdar, B. Verlinden, P. Van Houtte, D. Vanderschueren, "Recrystallisation kinetics in IF-steels: a study on the sluggish recrystallisation behaviour", *Scripta Materiala* 37-6 (1997) 869-874
- [62] L. Kestens, N. Yoshinaga, D. Vanderschueren, B.C. DeCooman, 4th Int. Conf. Rec. Related Phenom. (1999) 745
- [63] O. Bouaziz, H. Petitgand, C. Le Corre and G. Salvador, "Microstructure and properties of not-fully recrystallized IF steels", *Revue de Métallurgie* (2002) 291-299
- [64] K. Okuda, A.D. Rollet, "Monte Carlo simulation of elongated recrystallized grains in steels", *Computational Materials Science* 34 (2005) 264-273
- [65] K. Piekos, J. Tarasiuk, K. Wierzbanski, B. Bacroix, "Stochastic vertex model of recrystallisation", *Comput. Mater. Sci.* 42 (2008) 36-42
- [66] R. Sebal, G. Gottstein, "Simulation of textural evolution during primary static recrystallization", *Proceedings of ICOTOM 12*, Ed. J.A. Szpunar, 1 (1999) 292-297
- [67] D. Raabe, "A texture-component Avrami model for predicting recrystallization textures, kinetics and grain size", *Modelling Simul. Mater. Sci. Eng.* 15 (2007) 39-63
- [68] A. Samet-Meziou, P. Gerber, J. Tarasiuk, T. Baudin, R. Penelle, "Monte Carlo modelling of recrystallization process in cold rolled IF-Ti steel", *Proceedings of Recrystallization and Grain Growth*, Annecy (2004)
- [69] R. Sebal, G. Gottstein, "Modelling of recrystallization textures: interaction of nucleation and growth", *Acta Materiala* 50 (2002) 1587-1598
- [70] T. Ungar, A. Borbely, *Appl. Phys. Lett.* 69, 21 (1996) 3173-3175
- [71] W.C. Olivier, G.M. Pharr, "Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology", *Journal of Materials Research Society* 19-1 (2003) 3-20
- [72] R. Chiron, J. Fryet et P. Viaris de Lesegno, "Machine de traction in situ et éprouvette pour microscope électronique à balayage", *Brevet d'invention français délivré au CNRS*, N° 93 05169, BO de la propriété industrielle N° 95/29 (21-7-95)

- [73] R. Chiron, J. Fryet and P. Viaris de Lesegno, "Device for SEM and EBSP in situ tensile tests up to 800°C", Actes de "Local Strain and Temperature Measurements in non-uniform fields at Elevated Temperature", J. Zizbs et al éd., Woodhead Publishing limited, Cambridge UK (1996) 149-158
- [74] G.G.E. Seward, D.J. Prior, J. Wheeler, S. Celotto, D.J.M. Halliday, R.S. Paden, M.R. Tye, "High-Temperature Electron Backscatter Diffraction and Scanning Electron Microscopy Imaging Techniques: In-situ Investigations of Dynamic Processes", Scanning vol. 24 (2002) 232-240
- [75] B. Beausir, L. Toth, O. Bouaziz, "Simulation of texture development of plane carbon steel in multipass rolling using analytical flow function", ICOTOM 14, Leuven, 2005
- [76] M.D. Nave, M.R. Barnett, "Fragmentation of orientation within grains of a cold-rolled interstitial-free steel", ISIJ International, vol.44 (2004), n°1, 187-196
- [77] I. Samajdar, B. Verlinden, P. Van Houtte, D. Vanderschueren, "γ-Fibre recrystallisation texture in IF-Ti steel: an investigation on the recrystallisation mechanisms", Mat. Sc. Eng. A 238 (1997) 343-350
- [78] H. Réglé, D. Grandemange, A. Miroux, B. Bacroix, "Recrystallisation textures modelling of steels", Mat. Sc. Forum 408-412 (2002) 451-456
- [79] J. Tarasiuk, P. Gerber, B. Bacroix, "Estimation of recrystallized volume fraction from EBSD data", Acta Materialia vol.50 (2002) 1467-1477
- [80] P. Villechaise, L. Sabatier, J.C. Girard, "On slip band features and crack initiation in fatigued 316L austenitic stainless steel: Part 1: Analysis by electron back-scattered diffraction and atomic force microscopy", Materials Science and Engineering A 323 (2002) 377-385
- [81] S. Fréchar, F. Martin, C. Clément, J. Cousty, "AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel", Materials Science and Engineering A 418 (2006) 312-319
- [82] M.D. Nave, M.R. Barnett, "Fragmentation of orientation within grains of a cold-rolled interstitial-free steel", ISIJ International 44-1 (2004) 187-196
- [83] N. Rajmohan, Y. Hayakawa, J.A. Spuznar, J.H. Root, Acta Mater. 45-6 (1997) 2485-2494
- [84] A. Samet-Meziou, A.L. Etter, T. Baudin, R. Penelle, Mater. Sc. Forum 558-559 (2007) 323-328
- [85] B. Decreus, Rapport de stage, ENSEEG (2006)
- [86] J.L. Lebrun, G. Maeder, F. Moliexe, P. Parnière, "Microstructure et recrystallisation des tôles minces d'acier extra doux ", Recherche CECA 7210-KC/3/303 (1979)
- [87] A.L. Etter, T. Baudin, M.H. Mathon, W. Swiatnicki, R. Penelle, "Stored energy evolution in both phases of a duplex steel as a function of cold-rolling reduction", Scripta Materialia 54 (2006) 683-688

- [88] R. Masson, M. Bornert, P. Suquet, A. Zaoui, "An affine formulation for the prediction of the effective properties of nonlinear composites and polycrystals", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 48 (2000) 1203-1227
- [89] U.F. Kocks, "Laws for work-hardening and low-temperature creep", *J. Eng. Mat. Tech* (1976) 76-85
- [90] D. Peirce, R.J. Asaro, A. Needleman, "Material rate dependence and localized deformation in crystalline solids", *Acta Metall.* 31 (1983) 1951-1976
- [91] Y. Estrin, H. Mecking, "A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models", *Acta Metall.* 32-1 (1984) 57-70
- [92] L. Tabourot, "Lois de comportement élasto-viscoplastique du monocristal en grandes déformations", Thèse de l'Institut National Polytechnique de Grenoble (1992)
- [93] B. Peeters, M. Seefeldt, C. Teodosiu, S.R. Kalindindi, P. Van Houtte, E. Aernoudt, "Work-hardening / softening behaviour of BCC polycrystals during changing strain paths : I. An integrated model based on substructure and texture evolution, and its prediction of the stress-strain behaviour of an IF steel during two-stage strain paths", *Acta. Mater.* 49 (2001) 1607-1619
- [94] B. Peeters, S.R. Kalindi, C. Teodosiu, P. Van Houtte, E. Aernoudt, "A theoretical investigation of the influence of dislocation sheets on evolution of yield surfaces in single-phase b.c.c. polycrystals", *J. Mech. Phys. Solids* 50-4 (2002) 783-807